MN 38

ÜBER EIN MESSVERFAHREN ZUR SCHNELLEN ERMITTLUNG DER WÄRMELEITFÄHIGKEIT bzw. DER WÄRMEEINDRINGZAHL FESTER STOFFE

Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Universität Hamburg

vorgelegt von
HOSSEIN NOHADANI
aus Rascht / Iran

Hamburg 1961

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548107_0088

Über ein Meßverfahren zur schnellen Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit bzw. der Wärmeeindringzahl fester Stoffe

Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Universität Hamburg
vorgelegt von

Hossein Nohadani
aus Rascht/Iran

Hamburg 1961

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

Genehmigt von der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen
Fakultät der Universität Hamburg

auf Antrag von Herrn Dr.Ing. S. Heller

Hamburg, den 2o. Januar 1961 Professor Dr. Otremba
Dekan

Inhaltsverzeichnis

Seite

1 Einleitung..... 1

2 Prinzip des Verfahrens..... 4

3 Theoretische Grundlagen..... 8

31 Lösung und Diskussion der eindimensionalen Wärmeleitungsgleichung für bestimmte Randbedingungen..... 8

32 Der reale Fall.....11

33 Bestimmung der maximal zulässigen Meßzeit t_{max}..13

331 Theoretische Bestimmung von t_{max} ohne Berücksichtigung der seitlichen Wärmeverluste.....13

332 Bestimmung des zusätzlichen Temperaturfehlers bei seitlicher Wärmeabgabe.....16

333 Experimentelle Bestimmung von t_{max}.....19

34 Die minimal erforderliche Probendicke.....

35 Anwendbarkeit des Verfahrens für Probekörper, deren ursprüngliche Form weitgehend gewahrt werden soll.....21

351 Wärmeenergieverteilung im Anlaufvorgang....23

36 Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit bzw. der Wärmeeindringzahl.....26

361 Absolutverfahren.....26

362 Relativverfahren.....27

362.1 Anordnung I.....27

362.2 Anordnung II.....31

4 Anhang zu den theoretischen Grundlagen.....33

41 Untersuchung der Anwendbarkeit der Grundgleichung für das Meßverfahren mit Hilfe der Analogiemethode.....33

411 Mathematische Behandlung des Analogieverfahrens.....34

412 Anwendung der Analogiemethode.....36

413 Durchführung der Analogiemethode.....38

5 Praktische Durchführung des Verfahrens.....43

51 Das Meßelement.....43

511 Herstellung des Meßelementes.....44

512 Bestimmung des Temperaturkoeffizienten des Schichtwiderstandes.....46

52 Mechanischer Aufbau der Meßanordnung.....48

521 Absolutverfahren.....48

522 Relativverfahren.....48

53 Meßbrücke.....50

54 Registrierung.....53

55 Korrektion des Galvanometerausschlages.....53

56 Temperaturmessung.....56

6 Diskussion der Fehlerquellen.....58

7 Durchführung der Messungen.....60

71 Bestimmung des Wärmestromes.....60

72 Festlegen der Meßzeit t_m und Zeitmessung.....61

73 Abgleich der Brücke.....62

74 Meßvorgang.....62

8 Auswertung und Meßergebnisse.....63

81 Absolutverfahren.....63

82 Relativverfahren.....66

9 Theoretische Meßgenauigkeit.....71

91 Meßgenauigkeit für das Absolutverfahren.....71

92 Meßgenauigkeit für das Relativverfahren.....73

10 Messungen mit trägheitslosem Brückenmeßinstrument.....75

11 Nullpunktverschiebung.....78

12 Zusammenfassung.....80

1 Einleitung

Die Wärmeleitfähigkeit λ ($cal \cdot cm^{-1} \cdot sec^{-1} \cdot Grad^{-1}$) von festen Stoffen kann sowohl bei stationären als auch bei nichtstationären Wärmevorgängen ermittelt werden. Danach unterscheiden sich zwei große Gruppen von Meßverfahren:

Die stationären Verfahren, zu denen z.B. das bekannte Plattenverfahren nach Poensgen gehört, beruhen auf der Definitionsgleichung für die Wärmeleitfähigkeit

$$q_n = \frac{dQ}{dt} = -\lambda F \left(\frac{\partial \vartheta}{\partial n} \right) = -\lambda F \, (\mathrm{grad}_n \vartheta). \qquad (1)$$

Hierbei bezeichnet q_n ($cal \cdot sec^{-1}$) den Wärmestrom, dQ (cal) die Wärmemenge, die in der Zeit dt (sec) durch die Fläche F (cm^2) strömt, und $-(\frac{\partial \vartheta}{\partial n}) = -\mathrm{grad}_n \vartheta$ ($Grad \cdot cm^{-1}$) das Temperaturgefälle in Richtung der Flächennormalen.

Bei diesen Verfahren führt man einer Fläche F einen bekannten Wärmestrom q_n zu und mißt das Temperaturgefälle $-(\frac{\partial \vartheta}{\partial n})$, wenn der stationäre Temperaturzustand eingetreten ist.
Stationäre Verfahren haben den Vorteil gut erzielbarer Genauigkeit (etwa $\pm$ 1%), wirken hingegen nachteilig dadurch, daß sie eine lange Versuchsdauer bis zur Einstellung des stationären Zustandes und meist recht komplizierte Apparaturen erfordern.

Wesentlich geringer ist der erforderliche zeitliche und apparative Aufwand bei den nichstationären Verfahren. Sie beruhen auf der Differentialgleichung

$$\frac{\partial \vartheta}{\partial t} = a \Delta \vartheta = a \left(\frac{\partial^2 \vartheta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \vartheta}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \vartheta}{\partial z^2} \right) \qquad (2)$$

unter der Annahme, daß λ von der Temperatur unabhängig ist. Dabei sind $\frac{\partial \vartheta}{\partial t}$ die zeitliche Änderung der Temperatur an einer Stelle x, y, z, Δ der Laplacesche Operator und a ($cm^2 \cdot sec^{-1}$) die Temperaturleitfähigkeit.

Die Verfahren nach Gl. (2) liefern die Wärmeleitfähigkeit λ meist nur implizit und zwar in kombinierten Größen von der Form $a = \frac{\lambda}{c\varrho}$ ($cm^2 \cdot sec^{-1}$), Temperaturleitfähigkeit, oder $b = \sqrt{\lambda c \varrho}$ ($cal \cdot cm^{-2} \cdot sec^{-1/2} \cdot Grad^{-1}$), Wärmeeindringzahl genannt. Dabei bedeuten c ($cal \cdot g^{-1} \cdot Grad^{-1}$) die spezifische Wärme und ϱ ($g \cdot cm^{-3}$) die Dichte.
Da die Differentialgleichung (2) sich im allgemeinen nur bei einfachen Randbedingungen integrieren läßt, welche versuchstechnisch meist nicht exakt realisiert werden können (wie z.B. ein Temperatursprung), haftet den nichtstationären Verfahren im allgemeinen der Nachteil geringerer Genauigkeit an.
Auf Grund ihrer Vorteile bezüglich kurzer Versuchszeiten und einfacher Apparaturen hat sich die Meßtechnik in neuerer Zeit jedoch ausgiebig mit den nichtstationären Verfahren befaßt und dabei bemerkenswerte Erfolge erzielt. Zu nennen sind hier vor allem die Arbeiten von CLARKE/KINGSTON (1950) und KRISCHER/ESDORN (1954/55), welche instationäre bzw. quasistationäre Meßverfahren zur gleichzeitigen Bestimmung der Wärmeeindringzahl $b = \sqrt{\lambda c \varrho}$, der Wärmekapazität $c\varrho$ und der Wärmeleitfähigkeit λ entwickelten, die mit einer Genauigkeit von etwa $\pm$ 2 bis 2,5% arbeiten.

Die erzielbare Genauigkeit ist jedoch sowohl bei den stationären wie bei den nichtstationären Verfahren stets an bestimmte, apparativ bedingte Forderungen betreffs Größe und Form des Probenmaterials geknüpft.
Bei den bisher bekannten Verfahren ist die erforderliche Probenmenge durchweg sehr groß, so daß die Forderung für einige Stoffe, vor allem Mineralien, auf Schwierigkeiten bei der Beschaffung stößt. Zudem macht sich in diesen Fällen der Nachteil besonders geltend, daß das Material

für die Versuchsanordnung in eine bestimmte Form gebracht werden muß.

So benötigt beispielsweise die Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig für die genauestmögliche Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit nach dem stationären Verfahren eine Materialprobe in Plattenform von 48 cm^3. Für die von Krischer/Esdorn entwickelte Meßapparatur sind 8 ebene Versuchsplatten von je ca. 1000 cm^3 erforderlich; mit 4 Proben ist die Messung schon nicht mehr durchführbar.

Der vorliegenden Arbeit liegt die Aufgabe zugrunde, diese Nachteile bei der Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit fester Stoffe mit Hilfe eines neuen instationären Verfahrens zu beseitigen. Das Verfahren soll es erlauben, die Stoffkonstante λ an Proben kleinster Abmessungen rasch und mit hinreichender Genauigkeit bestimmen zu können. Außerdem soll es die Möglichkeit bieten, die natürliche Form von Festkörpern bei der Bestimmung ihrer Wärmeleitfähigkeit so weit wie möglich zu erhalten.

2. Prinzip des Verfahrens

Mit dem zu beschreibenden instationären Verfahren kann in Kurzzeitmessung an einer kleinen Probe die Wärmeleitfähigkeit von elektrisch isolierenden Stoffen sowohl bei isotropen als bei anisotropen Festkörpern mit hinreichender Genauigkeit bestimmt werden. Die Messung ist bei beliebigen Anfangstemperaturen durchführbar und bringt nur geringe Temperaturdifferenzen (0,5 bis 2°C) mit sich.

Bei dem Verfahren unterscheiden sich zwei Meßmethoden, die als Absolut- und als Relativverfahren bezeichnet werden.

Beim Absolutverfahren wird auf die polierte Stirnfläche eines quaderförmigen Probekörpers eine dünne temperaturabhängige Metallschicht von gleichmäßiger Dicke fest aufgetragen. Diese dient bei Aufheizung durch einen konstanten elektrischen Strom als H e i z s c h i c h t zur Zuführung eines konstanten Wärmestroms an die angrenzende Probenoberfläche und zugleich als W i d e r s t a n d s t h e r m o m e t e r zur Messung der Temperaturerhöhung an der beheizten Probenoberfläche.
Die Oberflächentemperatur im Anlaufvorgang ist in erster Näherung proportional der zugeführten Wärmestromdichte q_o und der Wurzel aus der Zeit und umgekehrt proportional der Wärmeeindringzahl $b = \sqrt{\lambda c \varrho}$ des Probekörpers. Registriert man den Temperaturanstieg während des Anlaufvorganges an der beheizten Probenoberfläche in Abhängigkeit von der Zeit und ermittelt q_o aus der elektrischen Leistung, so läßt sich die Wärmeeindringzahl b bestimmen. Die Wärmeleitfähigkeit λ erhält man dann aus der Beziehung von Wärmeeindringzahl b, spezifischer Wärme c und Dichte ϱ des Probekörpers gemäß

$$\lambda = \frac{b^2}{c\varrho} .$$

Dieses absolute Meßverfahren soll vor allem dazu dienen, die Wärmeleitfähigkeit bzw. Wärmeeindringzahl von

Standardproben für das Relativverfahren genau zu bestimmen.

Beim Relativverfahren ist der Schichtträger nicht der Probekörper, sondern ein geeigneter, quaderförmiger Standardkörper, dessen Stoffgrößen bekannt sind. Der Standardkörper mit der auf eine seiner Stirnflächen aufgetragenen Metallschicht wird als M e ß e l e m e n t bezeichnet (Abb.1).

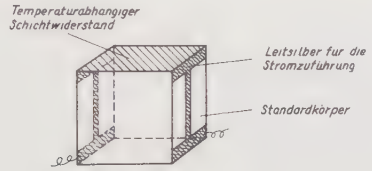

Abb. 1 Schematische Darstellung des Meßelementes

Mit diesem Meßelement werden in zwei Versuchsabschnitten Vergleichsmessungen zwischen dem Probekörper und einem Vergleichskörper mit bekannten Stoffkonstanten durchgeführt. Im 1. Versuchsabschnitt wird das Meßelement mit seiner Schichtfläche unter konstantem Druck auf eine planpolierte Stirnfläche des Probekörpers angedrückt (Abb.2).

Die Metallschicht des Meßelementes dient bei dieser Anordnung beiden Körpern gemeinsam als Wärmequelle sowie als Widerstandsthermometer zur Anzeige der Temperaturerhöhung an den beheizten Oberflächen.
Im 2. Versuchsabschnitt wird der Meßvorgang unter gleichen Bedingungen bei gleicher Heizleistung und Beobachtungszeit mit Meßelement gegen Vergleichskörper durchgeführt.
Das Verhältnis der Temperaturerhöhung im Anlaufvorgang aus Abschnitt I und II ist eine einfache berechenbare Funktion der Wärmeeindringzahlen von Probe-, Standard- und

Vergleichskörper. Registriert man in beiden Versuchsabschnitten die Temperaturerhöhung während des Anlaufvorganges in Abhängigkeit von der Zeit mit Hilfe einer Meßbrücke, so ist das oben genannte Verhältnis gleich dem Verhältnis der aus beiden Abschnitten erhaltenen Ausschläge des Brückenmeßinstrumentes. Aus diesem Verhältnis und den bekannten Stoffkonstanten von Standard- und Vergleichskörper läßt sich dann die Wärmeeindringzahl $b = \sqrt{\lambda c \varrho}$ des Probekörpers bestimmen, die wiederum die Wärmeleitfähigkeit gemäß $\lambda = \frac{b^2}{c\varrho}$ ergibt.

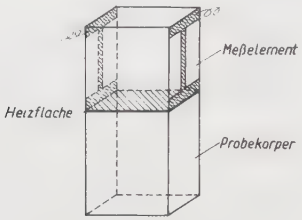

Abb. 2 Schematische Darstellung der Versuchsanordnung beim Relativverfahren mit Meßelement gegen Probekörper

Da die Vorbereitung der Proben beim Relativverfahren wesentlich geringer ist als beim Absolutverfahren (bei dem die Metallschicht auf den Probekörper selbst aufgetragen wird), und das Meßelement für die Messung verschiedener Objekte verwendbar ist, kommt diese Meßmethode der allgemein an ein Meßverfahren gestellten Forderung nach Einfachheit, Schnelligkeit und Universalität besser entgegen als die absolute.

Das Relativverfahren wird sowohl bei quaderförmigen Probekörpern durchgeführt, deren polierte Stirnfläche deckungs-

gleich mit der aufliegenden Schichtfläche des Meßelementes ist (vgl.Abb.2), als auch bei solchen, die unter Beibehaltung ihrer ursprünglichen Form mit nur einer planpolierten Fläche zur Auflage des Meßelementes versehen sind.

Zum Verständnis des Verfahrens sind einige allgemeine theoretische Betrachtungen erforderlich, welche im Folgenden abgehandelt werden.

3 Theoretische Grundlagen

31 Lösung und Diskussion der eindimensionalen Wärmeleitungsgleichung für bestimmte Randbedingungen

Wir betrachten einen quaderförmigen Körper mit der Stirnfläche F, der Länge L und den Stoffkonstanten λ , c und ϱ. Von einer äußeren Wärmequelle fließt durch die Stirnfläche F in Richtung der Normalen (x-Richtung) der konstante Wärmestrom q_n. Die Abhängigkeit der Temperatur ϑ vom Ort x und der Zeit t läßt sich mit Hilfe der Differentialgleichung für eindimensionale Wärmeleitungsprobleme

$$\frac{\partial \vartheta (x,t)}{\partial t} = a \frac{\partial^2 \vartheta (x,t)}{\partial x^2} \qquad (3)$$

beschreiben, wobei die seitlichen Wärmeverluste unberücksichtigt bleiben.

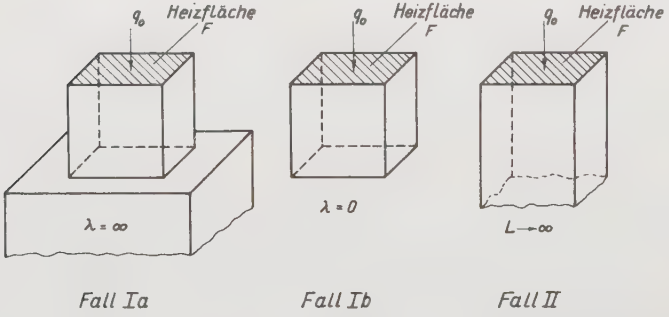

Abb. 3 Quader mit einer konstant beheizten Stirnfläche bei verschiedenen Randbedingungen an der Rückseite

Für diese Wärmeleitungsgleichung (3) sind Lösungen für folgende Anfangs- und Randbedingungen bekannt (nach

CARSLAW und JAEGER, 1948):

Anfangsbedingung: Zur Zeit t = 0 beginnt die Erwärmung, und die Temperatur des Körpers ist überall gleich Null, d.h.

$$\vartheta_{(x,t=0)} = 0.$$

Erste Randbedingung: Durch die Stirnfläche F (x = 0) fließt ein konstanter Wärmestrom $q_n = F \cdot q_o$, d.h.

$$-\left(\frac{\partial \vartheta}{\partial x}\right)_{x=o} = \frac{q_o}{\lambda} . \qquad (3a)$$

Dabei bezeichnet q_o ($cal \cdot cm^{-2} \cdot sec^{-1}$) die Wärmestromdichte.

Als zweite Randbedingung werden folgende Fälle diskutiert:

Fall Ia: Der Körper habe die endliche Länge L = l und an der Stelle x = l sei $\lambda = \infty$ (s.Abb.3/Ia). Das bedeutet, daß die Temperatur an der Rückseite (x = l) auf Null gehalten wird, d.h.

$$\vartheta_{(x=l,t)} = 0 . \qquad (3b)$$

Die Lösung der Gl. (3) lautet dann:

$$\vartheta_{(x,t)Ia} = \frac{q_o \cdot l}{\lambda}\left[1 - \frac{x}{l} - \frac{8}{\pi^2}\sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(2n-1)^2}\, e^{-(2n-1)^2 \frac{t}{\tau}} \cos\frac{(2n-1)\pi}{2l} x\right] \qquad (4)$$

mit

$$\tau = \frac{c \cdot \varrho}{\lambda} \frac{4 \cdot l^2}{\pi^2} . \qquad (4a)$$

Für den Temperatur-Zeitverlauf an der Oberfläche (x = 0) ergibt sich

$$\vartheta_{(0,t)Ia} = \frac{q_o \cdot l}{\lambda}\left[1 - \frac{8}{\pi^2}\sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(2n-1)^2}\, e^{-(2n-1)^2 \frac{t}{\tau}}\right] . \qquad (5)$$

Fall Ib: Die Länge L = l sei wiederum endlich, aber an der Stelle x = l soll $\lambda = 0$ sein. Das entspricht einem idealen Wärmeisolator an der Rückseite (etwa Vakuum), s.Abb.3, d.h.

$$\left(\frac{\partial \vartheta}{\partial x}\right)_{x=l} = 0 \quad . \tag{3c}$$

Man erhält jetzt als Lösung der Gl. (3):

$$\vartheta(x,t)_{Ib} = \frac{q_0 l}{\lambda}\left\{\left[\frac{1}{2}\left(\frac{x}{l}\right)^2 - \frac{x}{l} + \frac{1}{3} + \frac{4}{\pi^2}\frac{t}{\tau}\right] - \right. \tag{6}$$

$$\left. - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2}{(n\pi)^2} \cos\left(n\pi \frac{x}{l}\right) e^{-4n^2 \frac{t}{\tau}} \right\} .$$

Der Temperatur-Zeitverlauf an der Oberfläche (x=0) für den Fall Ib ist dann:

$$\vartheta(0,t)_{Ib} = \frac{q_0 l}{\lambda}\left[\frac{1}{3} + \frac{4}{\pi^2}\frac{t}{\tau}\right] - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2}{(n\pi)^2} e^{-4n^2 \frac{t}{\tau}} . \tag{7}$$

Die Gleichungen (4) und (6) sind zwar konvergente Reihen, sie konvergieren jedoch im zeitlichen Anfangsbereich an den Stellen $x \neq 0$ sehr langsam. Die Temperaturfeldbestimmung mit den genannten Gleichungen ist daher, besonders für kleinere Zeiten, sehr schwierig und zeitraubend. Die für Oberflächentemperaturbestimmungen in Betracht kommenden Gleichungen (5) und (7) konvergieren hingegen gut.

Fall II: Die Länge L des Körpers sei unendlich ($L = \infty$) (s.Abb.3). Also lautet die zweite Randbedingung

$$-\lambda\left(\frac{\partial \vartheta}{\partial x}\right)_{x=\infty} = 0 \quad . \tag{3d}$$

Für diesen Fall erhält man folgende leicht berechenbare, geschlossene Lösung:

$$\vartheta(x,t)_{II} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{q_0}{\sqrt{\lambda c \varrho}} \cdot \sqrt{t}\left[e^{-\eta^2} - \eta\sqrt{\pi}\,(1-\Phi(\eta))\right] , \tag{8}$$

wobei $\eta = \frac{x}{2\sqrt{at}}$, mit $a = \frac{\lambda}{c\varrho}$ (8a)

und $\Phi = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\eta} e^{-\zeta^2} d\zeta$ das Gaußsche Fehlerintegral ist.

Für den Temperatur-Zeitverlauf an der Oberfläche (x = 0) gilt:

$$\vartheta_{(o,t)_{II}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{q_o}{\sqrt{\lambda c\varrho}} \cdot \sqrt{t} \quad . \tag{9}$$

Wie man in Gl. (13) sehen wird, erweist es sich als zweckmäßig, diese Formel (9) mit l zu erweitern; durch Einführung von $\tau = \frac{4l^2}{a\pi^2}$ erhält man dann folgenden Ausdruck:

$$\vartheta_{(o,t)_{II}} = \frac{q_o \cdot l}{\lambda} \left(\frac{4}{\pi\sqrt{\pi}}\right) \sqrt{\frac{t}{\tau}} \quad . \tag{10}$$

Die Differentialgleichung (3) läßt sich auch näherungsweise im Differenzenverfahren oder mit der Analogiemethode (s. Kap.4) lösen. Diese Lösungswege haben eine Bedeutung für die Fälle Ia und Ib, wo das gesamte Temperaturfeld zwischen x = 0 und x = l bestimmt werden soll.

32 Der reale Fall

Das in der vorliegenden Arbeit angestrebte Meßprinzip stellt einen Fall dar, der keinem der oben angeführten Fälle exakt entspricht, sich aber zwischen diese einordnen läßt. Wir wollen ihn den realen Fall nennen.
Bei diesem grenzt die Rückseite des Körpers an Luft oder ein beliebiges Material. Es findet daher ein endlicher Wärmeübergang statt, der nicht bekannt ist. Das entspricht bei x = l einem endlichen λ-Wert. Die hierzu gehörige exakte Lösung für $\vartheta_{(o,t)real}$ wird also zwischen der des Falles Ia und Ib liegen. Denn der Fall Ia nimmt eine beliebig gute Wärmeleitung für x = l an, und der Fall Ib

nimmt gar keine Wärmeleitung für x = 1 an.

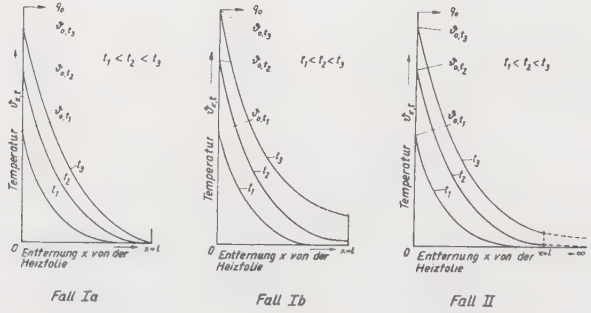

Abb. 4 Örtlicher Temperaturverlauf unter einer konstant beheizten Stirnfläche einer Platte zu verschiedenen Zeiten

Fall Ia) bei auf konstanter Temperatur gehaltener Rückseite

Fall Ib) bei wärmeisolierter Rückseite

Fall II) bei unendlicher Länge

Also findet im Fall Ia keine Temperaturerhöhung der Rückseite statt (vgl.Abb.4), während im Fall Ib die Temperatur mit der Zeit ansteigt (vgl.Abb.4). Im Fall II (unendlich langer Körper) ist an der Stelle x = 1 der Temperaturanstieg stets kleiner als an der Rückseite des Körpers im Fall Ib (vgl.Abb.4).

Im realen Fall (λ = endlich) ist diese Temperaturzunahme immer kleiner als im Fall Ib, welcher den größten Temperaturanstieg zeigt (vgl.Abb.4, Fall II).

Für die später vorzunehmenden Messungen interessiert nur die Temperatur an der Stelle x = 0. Auch hier ist im Fall Ib die Temperaturerhöhung am größten. Also liegt der Temperaturanstieg an der Stirnfläche bei Fall II und im

realen Fall zwischen Fall Ia und Fall Ib:

$$\vartheta_{(o,t)_{Ia}} < \vartheta_{(o,t)_{real}} < \vartheta_{(o,t)_{Ib}} \qquad (11)$$

$$\vartheta_{(o,t)_{Ia}} < \vartheta_{(o,t)_{II}} < \vartheta_{(o,t)_{Ib}} . \qquad (12)$$

Für kleine Zeiten unterscheiden sich die Lösungen der Fälle Ia, Ib und II nur wenig voneinander (vgl.Abb.4/ Ia, Ib, II für $t = t_1$). Ist die Beobachtungszeit t_b gleich oder kleiner als eine noch zu bestimmende maximal zulässige Zeit t_{max}, so kann man stets die einfache Lösung von Fall II für die Temperaturfeldbestimmung benutzen. Innerhalb dieser Zeit (Anlaufvorgang) hat an der Rückseite des Körpers noch praktisch keine Temperaturerhöhung stattgefunden, d.h. es darf die Dicke des begrenzten Körpers als unendlich ausgedehnt betrachtet werden. Wir werden also für die Beschreibung des Temperaturverlaufes an der Stirnfläche ($x = 0$) innerhalb der zu bestimmenden maximal zulässigen Meßzeit t_{max} die Gl. (9) anwenden.

33 Bestimmung der maximal zulässigen Meßzeit t_{max}

331 Theoretische Bestimmung von t_{max} ohne Berücksichtigung der seitlichen Wärmeverluste

Die maximal zulässige Meßzeit kann für einen vorgegebenen Fehler $\pm \varepsilon$ in der Oberflächentemperaturmessung vorausberechnet werden. Aus den Beziehungen (11) und (12) ist ersichtlich, daß die Differenz des Temperaturanstieges an der Stirnfläche zwischen dem realen Fall $\vartheta_{(o,t)real}$ und dem Fall II ($L = \infty$) stets kleiner als die Differenz zwischen Fall Ia und Ib ist.

Es interessiert der Fehler

$$\Delta\vartheta_1 = \vartheta_{(0,t)\,real} - \vartheta_{(0,t)\,II} \quad ,$$

da wir nur mit der Formel des Falles II ($L = \infty$) rechnen. Der Fehler $\Delta\vartheta_1$ ist stets kleiner als

$$\Delta\vartheta_2 = \vartheta_{(0,t)\,Ib} - \vartheta_{(0,t)\,Ia} \quad ,$$

also $\Delta\vartheta_1 < \Delta\vartheta_2$.

Entsprechendes gilt für den relativen Fehler:

$$\frac{\Delta\vartheta_1}{\vartheta_{(0,t)\,II}} < \frac{\Delta\vartheta_2}{\vartheta_{(0,t)\,II}} \quad \text{bzw.} \quad \frac{\vartheta_{(0,t)\,real} - \vartheta_{(0,t)\,II}}{\vartheta_{(0,t)\,II}} < \frac{\vartheta_{(0,t)\,Ib} - \vartheta_{(0,t)\,Ia}}{\vartheta_{(0,t)\,II}} \; .$$

Der relative Fehler für den realen Fall wird stets unter dem berechenbaren Fehler $\frac{\vartheta_{(0,t)\,Ib} - \vartheta_{(0,t)\,Ia}}{\vartheta_{(0,t)\,II}}$ liegen. Bezeichnet man den berechenbaren relativen Fehler mit ε , so erhält man nach Einsetzen der entsprechenden Größen aus den Gl. (5), (7) und (10):

$$\varepsilon = \frac{\frac{q_0 \cdot l}{\lambda}\left\{\left[\left(\frac{1}{3} + \frac{4}{\pi^2}\,\frac{t}{\tau}\right) - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2}{(n\pi)^2}\, e^{-4n^2\frac{t}{\tau}}\right] - \left[1 - \frac{8}{\pi^2}\sum_{n=1}^{\infty}\frac{1}{(2n-1)^2}\, e^{-(2n-1)^2\frac{t}{\tau}}\right]\right\}}{\frac{q_0 \cdot l}{\lambda}\cdot\frac{4}{\pi\sqrt{\pi}}\cdot\sqrt{\frac{t}{\tau}}} \; .$$

Daraus folgt

$$\varepsilon = \frac{\left[\left(\frac{1}{3} + \frac{4}{\pi^2}\,\frac{t}{\tau}\right) - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2}{(n\pi)^2}\, e^{-4n^2\frac{t}{\tau}}\right] - \left[1 - \frac{8}{\pi^2}\sum_{n=1}^{\infty}\frac{1}{(2n-1)^2}\, e^{-(2n-1)^2\frac{t}{\tau}}\right]}{\frac{4}{\pi\sqrt{\pi}}\cdot\sqrt{\frac{t}{\tau}}} \quad (13)$$

Der relative Fehler ε ist also lediglich eine Funktion von $\frac{t}{\tau}$, wobei $\tau = \frac{4l^2}{a\pi^2}$ ist, d.h. ε ist abhängig von der Zeit, der Länge und den Stoffkonstanten des Probekörpers. Abb. 5 zeigt die Abhängigkeit $\frac{t}{\tau} = \xi$ vom maximalen relativen Fehler ε .

Läßt man für die Oberflächentemperaturmessung einen Fehler von $\pm\varepsilon$ % zu, so erhält man aus der Abb. 5 für jedes ε eine Zeit $t = \tau\,\xi$; die so gefundene Zeit t hat dann die

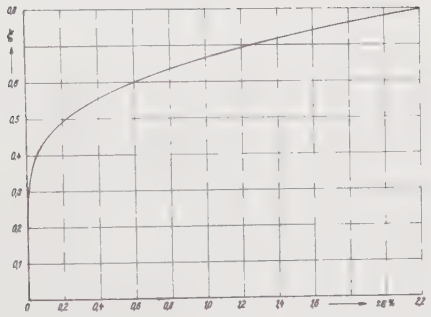

Abb. 5 Verlauf der Funktion $\varepsilon = f(\xi)$

Bedeutung von

$$t_{max} = \xi \frac{4l^2}{a\,\pi^2} \cdot \qquad (14)$$

Man kann also mit ungefähr bekannten Stoffkonstanten und mit der Länge l des Probekörpers die maximal zulässige Meßdauer berechnen, so daß innerhalb von t_{max} bei der Bestimmung der Oberflächentemperatur nach Gl. (9) höchstens ein Fehler $\pm\ \varepsilon$ % auftritt. Wird z.B. ein Fehler von $\varepsilon = \pm$ 0,1% zugelassen, so erhält man aus der Abb. 5 für $\xi = \frac{t_{max}}{\tau} = 0{,}44$.

Stoffe	a $\left[cm^2/sec\right]$	t_{max} [sec]
Quarz //c	5,97 10^{-2}	3,0
Quarz $\perp$ c	3,44 10^{-2}	5,2
Beryll //c	3,55 10^{-2}	5,0
Quarzglas	8,33 10^{-3}	21,4
Glas	5,23 10^{-3}	33,8
Plexiglas	1,13 10^{-3}	157,8

Tabelle 1

In Tabelle 1 sind die maximal zulässigen Meßzeiten bei l = 10 mm für die im Rahmen dieser Arbeit gewählten 5 Prüfstoffe angegeben.

332 Bestimmung des zusätzlichen Temperaturfehlers bei seitlicher Wärmeabgabe

Bisher wurde bei der Anwendung der eindimensionalen Wärmeleitungsgleichung (3) der Einfluß eines Wärmeüberganges durch die seitliche Begrenzung des Körpers nicht berücksichtigt. Im folgenden sollen die seitlichen Wärmeverluste an Luft berechnet werden.

Um mathematisch lösbare Probleme zu erhalten, nähern wir den in Kapitel 31 behandelten quaderförmigen Meßkörper durch einen geraden Kreiszylinder an, der denselben Umfang s wie die Stirnfläche F des Quaders hat. Seine Länge sei endlich (L = l).
An der Stelle x = 0 soll der konstante Wärmestrom q_n in Normalenrichtung (x-Richtung) in den Körper hineinfließen. Ohne seitliche Wärmeverluste beschreibt die eindimensionale Wärmeleitungsgleichung (3) die Abhängigkeit der Temperatur vom Ort x und von der Zeit t. Wie in Kapitel 32 gezeigt, gilt innerhalb der maximal zulässigen Meßdauer t_{max} für den Temperatur-Zeitverlauf an der Stirnfläche (x = 0) Gl. (9).

Bei Berücksichtigung der seitlichen Wärmeabgabe an die Luft tritt durch die Oberfläche s dx des Volumenelementes F·dx in der Zeit dt eine Wärmemenge

$$dQ = \alpha \cdot s \, dx \cdot dt \, (\vartheta - \vartheta_0)$$

hindurch. Dabei bedeuten:

α : Wärmeübergangszahl $\left[\mathrm{cal/cm^2 \cdot Grad \cdot sec}\right]$
ϑ_0: die Temperatur der umgebenden Luft, die als Anfangstemperatur = Null gesetzt wird.

Man erhält dann an Stelle der eindimensionalen Wärmeleitungsgleichung die Differentialgleichung:

$$\frac{\partial \vartheta^*}{\partial t} = a \cdot \frac{\partial^2 \vartheta^*}{\partial x^2} - \frac{\alpha \cdot s}{c \varrho F} \vartheta^* \quad . \tag{15}$$

Diese Differentialgleichung soll unter den gleichen Anfangs- und Randbedingungen gelöst werden, wie sie unter Ziffer 31 für Gl. (3) diskutiert wurden:

$$\vartheta^*_{(x,t=0)} = 0 \qquad \text{für } x > 0$$

$$-\left(\frac{\partial \vartheta^*}{\partial x}\right)_{x=o} = \frac{q_o}{\lambda} \quad .$$

Zur Lösung der Gl. (15) führt man die Transformation

$$\vartheta^*_{(x,t)} = e^{-\frac{\alpha \cdot s}{c \varrho F} t} \cdot v(x,t) \tag{16}$$

ein. Für v ergibt sich daraus die Differentialgleichung

$$\frac{\partial v}{\partial t} = a \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} \tag{17}$$

mit den Anfangs- und Randbedingungen

$$v_{(x,t=0)} = 0 \qquad \text{für } x > 0$$

$$\left(\frac{\partial v}{\partial x}\right)_{x=0} = -\frac{q_o}{\lambda} e^{\frac{\alpha \cdot s}{c \cdot \varrho \cdot F} t} \quad .$$

Die Lösung der Gl. (16) lautet (nach FRANK u. MISES, 1935):

$$v_{(x,t)} = \frac{q_o}{\sqrt{\pi}\sqrt{\lambda c \varrho}} \int_0^t e^{\frac{\alpha \cdot s}{c \varrho F} \cdot y} \frac{e^{-\frac{x^2}{4a(t-y)}}}{(t-y)^{1/2}} dy \quad . \tag{18}$$

Man bekommt aus den Gleichungen (16) und (18) nach Rücktransformation für die Temperaturabhängigkeit vom Ort x und der Zeit t:

$$\vartheta_{(x,t)_a} = \frac{q_o}{\sqrt{\pi}\sqrt{\lambda c \varrho}} \int_0^t e^{-\frac{\alpha \cdot s}{c \varrho F}(t-y)} \frac{e^{-\frac{x^2}{4a(t-y)}}}{(t-y)^{1/2}} dy \quad . \tag{19}$$

Somit ergibt sich für den Temperaturanstieg an der Stelle x = 0 mit Berücksichtigung der seitlichen Wärmeverluste und unter der Voraussetzung, daß $t \leqslant t_{max}$ ist

$$\vartheta_{(0,t)\alpha} = \frac{q_0}{\sqrt{\pi}\sqrt{\lambda c \varrho}} \int_0^t \frac{e^{-\frac{\alpha \cdot s}{c \varrho \cdot F}(t-y)}}{\sqrt{t-y}}\, dy \qquad (20)$$

bzw.

$$\vartheta_{(0,t)\alpha} = \frac{q_0}{\sqrt{\pi}\sqrt{\lambda c \varrho}\sqrt{\frac{\alpha \cdot s}{c \varrho \cdot F}}} \cdot \Phi\left(\sqrt{\frac{\alpha \cdot s}{c \varrho \cdot F} \cdot t}\right), \qquad (21)$$

wobei Φ das Gaußsche Fehlerintegral ist.
Für $\alpha = 0$ geht Gl. (20) bzw. (21) in Gl. (9) über.
Bilden wir nun den Ausdruck $\frac{\vartheta_{(0,t)} - \vartheta_{(0,t)\alpha}}{\vartheta_{(0,t)}}$ und bezeichnen ihn mit ε^*, so ist dies der relative Fehler, der zusätzlich durch seitliche Wärmeverluste verursacht wird.

Setzt man die Werte aus Gl. (9) und Gl. (21) ein, so erhält man

$$\varepsilon^* = 1 - \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{\Phi\left(\sqrt{\frac{\alpha \cdot s}{c \varrho \cdot F} \cdot t}\right)}{\sqrt{\frac{\alpha \cdot s}{c \varrho \cdot F} \cdot t}} \qquad (22)$$

Es ist also ε^* eine Funktion von $\sqrt{\frac{\alpha \cdot s}{c \cdot \varrho \cdot F} \cdot t}$.

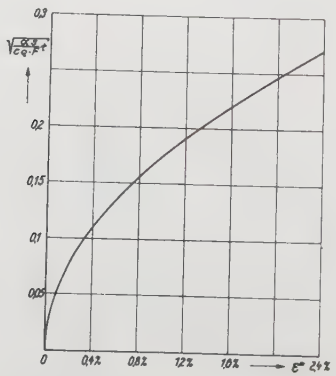

Abb. 6 Verlauf der Funktion $\varepsilon^* = f\left(\sqrt{\frac{\alpha \cdot s}{c \varrho \cdot F} \cdot t}\right)$

Abb. 6 zeigt den zusätzlichen prozentualen Fehler ε^* in Abhängigkeit von $\sqrt{\frac{\alpha \cdot s}{c\varrho \cdot F}} \cdot t$
Hat man $t \leqslant t_{max}$ bestimmt und α vorgegeben, so ist bei bekannten $c\varrho$, F und s der Wert von $\sqrt{\frac{\alpha \cdot s}{c\varrho \cdot F}} \cdot t$ festgelegt; man erhält dann aus Abb. 6 den zusätzlichen Fehler ε^*.

In Tabelle 2 sind die zusätzlichen relativen Fehler für die in Tabelle 1 angegebenen maximal zulässigen Meßzeiten für die 5 Prüfstoffe bei F = 1 cm^2 und s = 4 cm dargestellt. Für die Wärmeübergangszahl wurde α = 6 K·cal/m^2 Grad·h angenommen.

Tabelle 2

Stoffe	$c\varrho \left[\frac{cal}{cm^3 \cdot °C}\right]$	ε^* in %
Quarz //c	0,503	0,14
Quarz ⊥ c	0,503	0,24
Beryll //c	0,564	0,20
Quarzglas	0,396	1,1
Glas	0,498	1,5
Plexiglas	0,385	8,3

Die in der Tabelle angegebenen zusätzlichen Fehler ε^*, die z.T. recht große Werte annehmen, lassen sich dadurch klein halten, daß man zu kleineren Meßzeiten übergeht. Z.B. kann man bei Plexiglas ε^* von 8,3% für t_{max} = 158 sec auf 0,1% herabdrücken, indem man sich auf eine Meßdauer von 2 sec beschränkt, wie leicht aus Abb. 6 zu berechnen ist. Der Fehler verringert sich weiterhin bei zunehmender Fläche F, wie aus Gl. (22) ersichtlich.

333 Experimentelle Bestimmung von t_{max}

Am einfachsten erfolgt die Bestimmung der maximal zulässigen Meßzeit aus dem Experiment.

Registriert man die Temperatur-Zeit-Kurve für die Probenoberfläche innerhalb des Anwendbarkeitsbereiches von Gl. (8) (Fall II), so muß diese nach Gl. (9) die Form einer Parabel besitzen. Trägt man aus der registrierten Kurve die Abhängigkeit der Temperaturzunahme $\vartheta_{(o,t)}$ gegen $\sqrt{t}$ auf, so erhält man innerhalb des Gültigkeitsbereiches des Gesetzes eine Kurve, deren Abweichung von der Geraden $\vartheta_{(o,t)} = \text{const} \cdot \sqrt{t}$ für $t \leqslant t_{max}$ vernachlässigbar klein ist. Die Länge des linearen Teiles der Kurve und somit t_{max} ist ohne weiteres ersichtlich und hängt gemäß Gl. (14) von der Temperaturleitfähigkeit a und der Länge l ab.

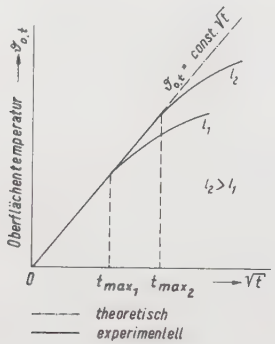

Abb. 7 Temperaturverlauf an der Probenoberfläche in Abhängigkeit von der Zeit bei zwei verschiedenen Probendicken

In Abb. 7 sind die Abweichungen für zwei verschiedene Längen l_1 und l_2 dargestellt, wobei $l_2 > l_1$ ist. Die dazugehörigen maximal zulässigen Meßzeiten t_{max1} und t_{max2} lassen sich recht genau abschätzen.

Diese experimentelle Bestimmung hat zudem den Vorteil, daß bei ihr die seitlichen Wärmeverluste von selbst mit berücksichtigt werden.

34 Die minimal erforderliche Probendicke

Löst man Gl. (14) nach l auf, so erhält man

$$l = \frac{\pi}{2} \sqrt{\frac{a}{\xi} \cdot t_{max}} \quad . \tag{23}$$

Gibt man einen Fehler $\pm \varepsilon$ vor und kennt die durch die Meßapparatur selbst bedingte kleinste Meßzeit $t_{min} \leqslant t_{max}$, so erhält man damit die minimal erforderliche Probendicke l_{min}.

Beispiel: Meßdauer $t_m = 1$ sec, $\varepsilon = \pm 0{,}1\% \longrightarrow \xi = 0{,}44$. Daraus ergibt sich für Quarz // c die minimal erforderliche Probendicke zu $l_{min} = 6{,}5$ mm; für Glas $l_{min} = 2$ mm.

Berücksichtigt man die seitlichen Wärmeverluste, so ist die nach Gl. (23) berechnete Probendicke l eine obere Schranke. Der zusätzliche Temperaturfehler infolge der seitlichen Wärmeabgabe läßt sich dann wiederum nach Abschnitt 332 berechnen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden würfelförmige Probekörper mit einer Kantenlänge von 10 mm untersucht.

35 Anwendbarkeit des Verfahrens für Probekörper, deren ursprüngliche Form weitgehend gewahrt werden soll

Bisher wurde die Bestimmung der Oberflächentemperatur im Anlaufvorgang nach Gl. (9) für den quaderförmigen Probekörper diskutiert, bei dem die beheizte Fläche gleich der Stirnfläche F war. Es soll nun erörtert werden, ob Gl. (9) auch dann anwendbar ist, wenn die Stirnfläche F größer ist als die beheizte Fläche. Dieser Fall ist dann von Bedeutung, wenn die ursprüngliche Form eines Probekörpers bei der Bestimmung seiner Wärmeleitfähigkeit weitgehend gewahrt werden soll; der Körper braucht dabei mit nur einer planen Fläche versehen zu sein (s.Abb.8).
Da die für den Quader aufgestellte Berechnung des Temperaturfehlers infolge seitlicher Wärmeabgabe für diesen Fall keine Gültigkeit hat, wäre für eine exakte Lösung dieses

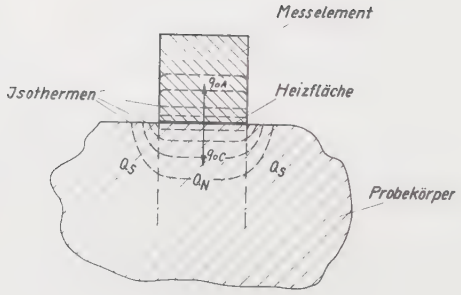

Abb. 8 Schema der Versuchsanordnung beim Relativverfahren bei Beibehaltung der ursprünglichen Form des Probekörpers

Problems eine dreidimensionale mathematische Behandlung erforderlich. Für den dreidimensionalen Fall beschreibt die dreidimensionale Wärmeleitungsgleichung (2) die Abhängigkeit der Temperatur vom Ort x, y, z und der Zeit t. Da die Forderung nach weitgehender Erhaltung der ursprünglichen Form des Probekörpers jedoch das Festlegen auf bestimmte Randbedingungen nicht erlaubt, ist in diesem Fall für Gl. (2) keine Lösung möglich.

Man kann den dreidimensionalen Fall jedoch auf den eindimensionalen zurückführen, indem man sich auf eine Beobachtungszeit beschränkt, innerhalb welcher der Wärmestrom q_n noch praktisch senkrecht zu seiner Eintrittsfläche (x-Richtung) verläuft. Das ist dann gewährleistet, wenn sich der maximale Teil der zugeführten Wärmeenergie (Wärmepolster) noch praktisch in der obersten Körperschicht unmittelbar unter der Eintrittsfläche befindet. Die in diesem Bereich befindlichen Teile der Isothermenfläche verlaufen innerhalb einer solchen Beobachtungszeit noch angenähert parallel zur Heizfläche (vgl.Abb.8). Die seitlich

zur Eintrittfläche ausgebreitete Wärmemenge (Q_S) ist dann gegenüber der normal zur Eintrittsfläche ausgebreiteten (Q_N) vernachlässigbar gering.
Eine Bestimmung der dafür gültigen Beobachtungszeit ist nur experimentell nach Ziffer 333 möglich, indem der Gültigkeitsbereich des Gesetzes $\vartheta_{(o,t)} = \text{const} \cdot \sqrt{t}$ festgestellt wird. Denn solange das aus der eindimensionalen Wärmeleitung abgeleitete Gesetz gilt, läuft der Wärmestrom noch in Richtung der Normalen; es kann also innerhalb dieser Zeit die eindimensionale Wärmeleitungsgleichung (9) angewendet werden.

Zur Betrachtung des erwähnten Wärmeinhalts in unmittelbarer Nähe der Eintrittsfläche wird im Folgenden eine Untersuchung der Wärmeenergieverteilung im Anlaufvorgang beim eindimensionalen Fall durchgeführt.

351 Wärmeenergieverteilung im Anlaufvorgang

Für die Untersuchung der Wärmeenergieverteilung im Anlaufvorgang betrachten wir wieder den quaderförmigen Probekörper, durch dessen Stirnfläche F (x = 0) in Richtung der Normalen von einer äußeren Wärmequelle der Wärmestrom q_n fließt, unter der Voraussetzung, daß Wärmeausbreitung nur in x-Richtung stattfindet.
Die im Volumenelement $F \cdot dx$ befindliche Wärmemenge dQ ist

$$dQ = c \cdot \varrho \cdot F \, dx \cdot \vartheta , \tag{24}$$

wobei ϑ die Temperaturerhöhung des Volumenelementes bezeichnet.
Bis zur Tiefe x des Körpers steckt die Wärmemenge

$$Q_x = c \cdot \varrho \cdot F \int_0^x \vartheta_{(x,t)} \, dx. \tag{25}$$

Hat der Probekörper die Länge l, so ist die gesamte zugeführte Wärmemenge

$$Q_{ges.} = c \cdot \varrho \cdot F \int_0^{x=l} \vartheta_{(x,t)} \, dx = q_o \cdot F \cdot t, \tag{26}$$

wobei q_o die Wärmestromdichte ist.
Bildet man das Verhältnis der bis zur Tiefe **x** aufgespeicherten Wärmemenge Q_x zur gesamten zugeführten Wärmemenge $Q_{ges.}$ und bezeichnet es mit Ψ, so gilt

$$\Psi_{x,t} = \frac{Q_x}{Q_{ges.}} = \frac{c\varrho}{q_o \cdot t} \int_0^x \vartheta_{(x,t)}\, dx. \qquad (27)$$

Stets ist $\Psi < 1$.

Es interessiert hier nur die Wärmeenergieverteilung innerhalb t_{max} (Anlaufvorgang), deshalb kann für die Temperaturfeldbestimmung Gl. (8), d.h. der Fall II ($l = \infty$) angewendet werden. Setzt man Gl. (8) in Gl. (27) ein, so erhält man

$$\Psi = \frac{2c\varrho}{\sqrt{\pi}\sqrt{\lambda c\varrho}\sqrt{t}} \int_0^x \left[e^{-\eta^2} - \eta\sqrt{\pi}\,(1-\Phi(\eta))\right] dx \,. \qquad (28)$$

Dabei ist $\eta = \frac{x}{2\sqrt{a\,t}}$ und $t \leqslant t_{max}$.
Nach Integration und Kürzung erhält man dann Ψ zu

$$\Psi = \Phi(\eta) - 2(1-\Phi(\eta))\eta^2 + \frac{2}{\sqrt{\pi}}\,\eta \cdot e^{-\eta^2}. \qquad (29)$$

Gl. (29) gibt die Abhängigkeit Ψ von η an.
Abb. 9 zeigt die graphische Darstellung $\Psi = f(\eta)$.

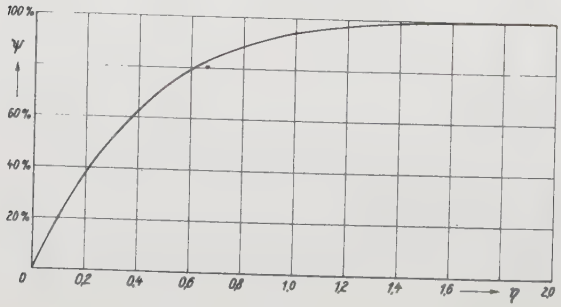

Abb. 9 Verlauf der Funktion $\Psi = f(\eta)$

Man kann also damit für jede Zeit t das prozentuale Verhältnis der bis zur Tiefe x_o aufgespeicherten Wärmemenge zu der gesamten zugeführten Wärmemenge erhalten, wenn die Stoffkonstante a bekannt ist.

In Abb. 10 ist Ψ als Funktion der Tiefe x mit den Zeiten t = 0,5; 1,0; 2,0 sec als Parameter für Quarz // c und Glas dargestellt.

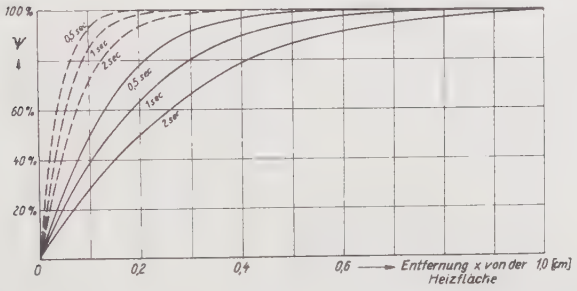

Abb. 10 Verlauf der Funktion $\Psi = f(x)$ bei verschiedenen Zeiten. ——— Quarz // c; ------- Glas

Wie aus der Abb. (10) ersichtlich ist, befinden sich z.B. bis zur Zeit t = 1 sec und bis zur Tiefe x = 2 mm bei Glas etwa 98% und bei Quarz // c - also dem Fall extremster Wärmeleitfähigkeit innerhalb der gewählten Prüfstoffe - etwa 63% der gesamten zugeführten Wärmeenergie.

Die Höhe dieses prozentualen Wärmeinhaltes in unmittelbarer Nähe der Heizfläche gibt die Sicherheit, daß die seitlichen Wärmeverluste innerhalb der angegebenen Beobachtungszeit vernachlässigbar klein sind.

36 Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit bzw. der Wärmeeindringzahl

361 Absolutverfahren

In Kapitel 2 ist bereits dargestellt, wie die Bestimmung der Wärmeeindringzahl $b = \sqrt{\lambda c \varrho}$ im Absolutverfahren vorgenommen werden kann, indem man an einer Stirnfläche des Probekörpers mittels einer Heizschicht, die gleichzeitig zur Messung der Oberflächentemperatur geeignet ist, eine konstante Wärmestromdichte erzeugt.

Für den zeitlichen Temperaturverlauf an der beheizten Probenoberfläche gilt im Anlaufvorgang bzw. während der aus Gl. (14) zu ermittelnden maximal zulässigen Meßzeit t_{max} die Gleichung (9). Durch Differenzieren nach $\sqrt{t}$ und Umordnen erhält man daraus die Wärmeeindringzahl

$$b = \sqrt{\lambda c \varrho} = \frac{2 q_o}{\sqrt{\pi} \cdot \frac{d \vartheta_{o,b}}{d\sqrt{t}}} . \qquad (30)$$

Trägt man den registrierten Temperaturanstieg als Funktion von $\sqrt{t}$ auf, so ist also bei bekannter Wärmestromdichte q_o die Wärmeeindringzahl aus der Steigung $\frac{d \vartheta_{o,b}}{d\sqrt{t}}$ der sich ergebenden Geraden zu ermitteln.

Führt man die Messung im Vakuum durch, so ist q_o identisch mit der an der Stirnfläche des Probekörpers erzeugten Wärmestromdichte. Befindet sich der Körper hingegen in Luft, so geht ein geringer Teil des Wärmestromes an diese über. Nimmt man an, daß der Wärmestrom sich während des Anlaufvorganges praktisch normal zur Oberfläche ausgebreitet hat und bezeichnet die dem Probekörper zukommende Wärmestromdichte mit q_{oP} und die der Luft zukommende mit q_{oLuft}, so gilt:

$$q_o = q_{oP} + q_{oLuft} .$$

Wie im folgenden Abschnitt gezeigt wird, geht dann Gl. (30) über in

$$\sqrt{\lambda c \varrho} = \frac{2 q_o}{\sqrt{\pi} \frac{d \vartheta_{o,b}}{d\sqrt{t}}} - \left(\sqrt{\lambda c \varrho} \right)_{Luft} , \qquad (31)$$

wobei $(\sqrt{\lambda c \varrho})_{Luft}$ die Wärmeeindringzahl von Luft bezeichnet, die als bekannt vorausgesetzt wird.
Gl. (31) besagt also, daß man von dem gemäß Gl. (30) errechneten Wert für die Wärmeeindringzahl die Wärmeeindringzahl von Luft abziehen muß, um den wahren Wert für den Probekörper zu erhalten.
Hat der Probekörper gute Wärmeleitfähigkeit wie z.B. Quarz, so kann weiterhin Gl. (30) angewendet werden, da die Wärmeleitfähigkeit von Luft dagegen vernachlässigbar klein ist.

Hat man so die Wärmeeindringzahl b erhalten, so ergibt sich die Wärmeleitfähigkeit λ aus der Beziehung dieser Größe, der spezifischen Wärme c und der Dichte ϱ des Probekörpers gemäß

$$\lambda = \frac{b^2}{c\varrho}. \tag{32}$$

362 Relativverfahren

Um die umständliche Vorbereitung des Meßobjektes zu umgehen und den Grundgedanken zu verwirklichen, Messungen auch an nur geringfügig vorbereiteten Probekörpern ausführen zu können, bedient man sich zweckmäßiger des Relativverfahrens. Für dieses Verfahren werden zwei verschiedene Anordnungen in Betracht gezogen:

362.1 Anordnung I: Die übereinanderliegenden Körper sind Quader mit deckungsgleicher Stirnfläche als Berührungsfläche.

Betrachtet man zwei quaderförmige Körper A und B, die sich mit zwei deckungsgleichen Flächen berühren (s.Abb.11), und erzeugt an der Berührungsfläche (x = 0) eine konstante Wärmestromdichte q_o, so fließt in die Körper A und B je ein Wärmestrom der Dichte q_{oA} und q_{oB}. Es gilt

$$q_o = q_{oA} + q_{oB}\ , \tag{33}$$

falls keine seitlichen Wärmeverluste auftreten.

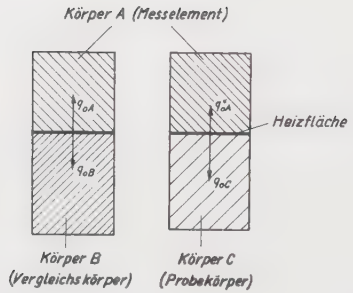

Abb. 11 Schema der Anordnung (I) beim Relativverfahren

Bezeichnet man den Temperaturanstieg an der Berührungsfläche für den Körper A mit $\vartheta_{(0,t)_A}$ und für den Körper B mit $\vartheta_{(0,t)_B}$, so ist

$$\vartheta_{(0,t)_A} = \vartheta_{(0,t)_B} \quad .$$

Haben die Körper die Stoffkonstanten $(\lambda, c, \varrho)_A$ bzw. $(\lambda, c, \varrho)_B$, so gilt im Anlaufvorgang bzw. in der Zeit t_{max}

$$\vartheta_{(0,t)_A} = \frac{2\, q_{oA}}{\sqrt{\pi}\, \sqrt{(\lambda c \varrho)_A}} \cdot \sqrt{t_A} \qquad (34)$$

und

$$\vartheta_{(0,t)_B} = \frac{2\, q_{oB}}{\sqrt{\pi}\, \sqrt{(\lambda c \varrho)_B}} \cdot \sqrt{t_B} \quad . \qquad (35)$$

Sind die Beobachtungszeiten für beide Körper gleich, d.h. $t_A = t_B = t_{bI}$, so ergibt sich

$$\frac{q_{oA}}{\sqrt{(\lambda c \varrho)_A}} = \frac{q_{oB}}{\sqrt{(\lambda c \varrho)_B}} \quad . \qquad (36)$$

Aus Gl. (33) und (36) erhält man

$$q_{oA} = q_o \frac{\sqrt{(\lambda c \varrho)_A}}{\sqrt{(\lambda c \varrho)_A} + \sqrt{(\lambda c \varrho)_B}} \quad . \qquad (37)$$

Bezeichnet man den Temperaturanstieg an der Berührungsfläche beider Körper in der Zeit t_{bI} mit $\vartheta_{(0,t_b)_I}$, so erhält man aus den Gl. (37) und (34) bzw. (35)

$$\vartheta_{(0,t_b)_I} = \vartheta_{(0,t)_A} = \vartheta_{(0,t)_B} = \frac{2\,q_o}{\sqrt{\pi}\left(\sqrt{(\lambda c \varrho)_A} + \sqrt{(\lambda c \varrho)_B}\right)} \cdot \sqrt{t_{bI}} \quad (38)$$

Ersetzt man den Körper B durch einen ebenfalls quaderförmigen Körper C mit gleicher Stirnfläche und den Stoffkonstanten $(\lambda, c, \varrho)_C$ (s.Abb.11) und erzeugt die gleiche Wärmestromdichte q_o an der Berührungsfläche, so fließt in die Körper A und C je ein Wärmestrom der Dichte q^*_{oA} und q_{oC}:

$$q_o = q^*_{oA} + q_{oC}. \quad (39)$$

Dann gilt wiederum für den Temperaturverlauf an der Berührungsfläche im Anlaufvorgang für die Beobachtungszeit t_{bII}

$$\vartheta_{(0,t_b)_{II}} = \vartheta^*_{(0,t)_A} = \vartheta_{(0,t)_C} = \frac{2\,q_o}{\sqrt{\pi}\left(\sqrt{(\lambda c \varrho)_A} + \sqrt{(\lambda c \varrho)_B}\right)} \cdot \sqrt{t_{bII}} \quad (40)$$

Ist die Beobachtungszeit für beide Versuchsabschnitte $t_{bI} = t_{bII}$, so erhält man aus den Gl. (38) und (40) folgende einfache Beziehung:

$$\frac{\vartheta_{(0,t_b)_I}}{\vartheta_{(0,t_b)_{II}}} = \frac{\sqrt{(\lambda c \varrho)_A} + \sqrt{(\lambda c \varrho)_C}}{\sqrt{(\lambda c \varrho)_A} + \sqrt{(\lambda c \varrho)_B}}. \quad (41)$$

D.h. die Summe der Wärmeeindringzahlen der Körper A und B sowie A und C stehen bei gleicher Beobachtungszeit und Wärmeleistung im umgekehrten Verhältnis zu den Temperaturen der zugehörigen Berührungsflächen.

Ist Körper B aus dem gleichen Material wie Körper A, so geht Gl. (41) über in:

$$\frac{\vartheta_{(0,t_b)_I}}{\vartheta_{(0,t_b)_{II}}} = \frac{1}{2}\left(1 + \frac{\sqrt{(\lambda c \varrho)_C}}{\sqrt{(\lambda c \varrho)_A}}\right). \quad (42)$$

In der Praxis entfällt jedoch bei der beschriebenen Anordnung von Körpern im Relativverfahren ein geringer Teil

der erzeugten Wärmestromdichte auf die Erwärmung des Luftpolsters zwischen den Berührungsflächen, so daß gilt:

$$q_o > q_{oA} + q_{oB}$$

und

$$q_o > q_{oA}^{*} + q_{oC}.$$

Eine Überschlagsrechnung zeigt, daß dieser Anteil des Wärmestroms bei einer Meßzeit von ca. 1 sec, wie sie bei den später beschriebenen Messungen angewendet wird, 1/10 Promille nicht überschreitet und somit außer Acht gelassen werden kann.

Bestimmt man den zeitlichen Temperaturanstieg $\dot{\vartheta}_{(o,t_b)}$ an der Berührungsfläche in beiden Versuchsabschnitten mit Hilfe einer Meßbrücke, so ist, wie in Abschnitt 56 gezeigt wird, $\dot{\vartheta}_{(o,t_b)}$ proportional dem Ausschlag φ des Brückenmeßinstrumentes, d.h.

$$\dot{\vartheta}_{(o,t_b)_I} \sim \varphi(t_b)_I$$

und

$$\dot{\vartheta}_{(o,t_b)_{II}} \sim \varphi(t_b)_{II}.$$

Da die Proportionalitätsfaktoren für beide Versuchsabschnitte bei gleicher Wärmeleistung und Beobachtungszeit gleich sind, ergibt sich

$$\frac{\dot{\vartheta}_{(o,t_b)_I}}{\dot{\vartheta}_{(o,t_b)_{II}}} = \frac{\varphi(t_b)_I}{\varphi(t_b)_{II}} . \qquad (43)$$

Dann geht Gl. (41) über in

$$\frac{\varphi(t_b)_I}{\varphi(t_b)_{II}} = \frac{\sqrt{(\lambda c \varrho)_A} + \sqrt{(\lambda c \varrho)_C}}{\sqrt{(\lambda c \varrho)_A} + \sqrt{(\lambda c \varrho)_B}} \qquad (44)$$

und Gl. (42) in

$$\frac{\varphi(t_b)_I}{\varphi(t_b)_{II}} = \frac{1}{2}\left(1 + \frac{\sqrt{(\lambda c \varrho)_C}}{\sqrt{(\lambda c \varrho)_A}}\right) . \qquad (45)$$

Ist C der Probekörper mit gesuchter Wärmeleitfähigkeit, während A als Standard- und B als Vergleichskörper bekannte Stoffkonstanten haben, dann läßt sich die Wärmeeindringzahl des Probekörpers durch Ermittlung des Verhältnisses $\frac{\varphi(t_b)_I}{\varphi(t_b)_{II}}$ gemäß

$$\sqrt{(\lambda c \varrho)_C} = \frac{\varphi(t_b)_I}{\varphi(t_b)_{II}} \left(\sqrt{(\lambda c \varrho)_A} + \sqrt{(\lambda c \varrho)_B}\right) - \sqrt{(\lambda c \varrho)_A} \qquad (46)$$

bestimmen. Besteht der Vergleichskörper B aus dem gleichen Material wie der Standardkörper A, so vereinfacht sich die Beziehung zu

$$\sqrt{(\lambda c \varrho)_C} = \left(2 \frac{\varphi(t_b)_I}{\varphi(t_b)_{II}} - 1\right) \cdot \sqrt{(\lambda c \varrho)_A}. \qquad (47)$$

Aus der Wärmeeindringzahl ist dann wiederum die Wärmeleitfähigkeit λ gemäß Gl. (32) zu ermitteln.

362.2 Anordnung II: Die übereinanderliegenden Körper haben ungleiche Stirnflächen F als Berührungsflächen.

Das Relativverfahren bietet die Möglichkeit, die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit auch dann vorzunehmen, wenn die ursprüngliche Form des Probekörpers dabei weitgehend gewahrt bleiben soll. Der Probekörper braucht dazu mit nur einer planen Stirnfläche versehen zu sein, die größer als die sie berührende Fläche des aufliegenden quaderförmigen Standardkörpers ist (vgl.Abb.8).
Beschränkt man sich bei dieser Anordnung auf die unter Ziffer 35 erörterte Beobachtungszeit, innerhalb welcher der an der Berührungsfläche erzeugte Wärmestrom q_n noch normal zu seiner Eintrittsfläche verläuft, so ist die in diesem Probekörper seitlich zur Eintrittsfläche ausgebreitete Wärmemenge Q_S gegenüber der in Richtung der Normalen ausgebreiteten Wärmemenge Q_N vernachlässigbar klein. Hat der Vergleichskörper im zweiten Versuchsabschnitt ebenfalls

eine größere Stirnfläche als die aufliegende des Standardkörpers, so heben sich die Werte für Q_S bei gleichem Wärmestrom und gleicher Beobachtungszeit in beiden Versuchsabschnitten praktisch auf. Dabei ist es nicht erforderlich, daß der Vergleichskörper die gleichen Abmessungen wie der Probekörper hat, da die Beobachtung sich in beiden Versuchsabschnitten auf eine Zeit beschränkt, in welcher der Wärmeinhalt sich in unmittelbarer Nähe der Eintrittsfläche befindet.
Der Fall kann also mathematisch ebenso behandelt werden, wie bei der besprochenen Anordnung mit Körpern deckungsgleicher Stirnflächen als Berührungsflächen.

4 Anhang zu den theoretischen Grundlagen

41 Untersuchung der Anwendbarkeit der Grundgleichung für das Meßverfahren mit Hilfe der Analogiemethode

Zu Beginn der Entwicklung des neuen Meßverfahrens war es notwendig, über den Gültigkeitsbereich der gewählten Grundgleichung (9) rasch und mit ausreichender Genauigkeit Kenntnis zu erlangen. Da die Berechnung des Temperaturfeldes mit Hilfe der Gl. (4), (6) und (8), wie in Abschnitt 31 beschrieben, schwierig und langwierig ist, wurde die Analogiemethode für eine experimentelle Voruntersuchung zu Hilfe gezogen.

Man spricht von Analogie, wenn sich Vorgänge in zwei verschiedenen, voneinander unabhängigen Systemen durch die gleichen mathematischen Beziehungen darstellen lassen. Die Analogiemethode geht von der Voraussetzung aus, daß alle Naturvorgänge durch ihre Differentialgleichungen - soweit sie sich durch solche darstellen lassen - mit den dazugehörigen Anfangs- und Randbedingungen hinreichend beschrieben sind; es folgt daraus, daß zwei physikalisch verschiedene Vorgänge, die den gleichen mathematischen Gesetzmäßigkeiten folgen, bei gleichen Anfangs- und Randbedingungen auch gleichartig verlaufen. Daraus ergibt sich die Möglichkeit, einen experimentell schwer zu erforschenden Vorgang an einem in seinem Ablauf besser zu verfolgenden, analogen Vorgang zu studieren und unbekannte Größen des einen Systems durch analoge, meßbare Größen des anderen zu ermitteln.
Für die experimentelle Erforschung der Wärmeleitungsprobleme durch diese Methode ist das Beukenmodell bekannt. In diesem nach seinem Erfinder benannten Analogiemodell ist das Wärmeströmungsgebiet in festen Körpern durch das elektrische Strömungsfeld dargestellt, indem die Wärmeleitungswiderstände durch elektrische Widerstände, die Wärmespeicherung durch elektrische Speicherung in Kondensatoren "ersetzt" wurden. Die Grundlage des Modells ist

die Übereinstimmung der Differentialgleichungen der Wärmeleitung und des Vorganges in einem Kabel, das induktions- und ableitungsfrei angenommen wird. Dieses idealisierte Kabel wird in bekannter Weise durch eine Kabelersatzschaltung dargestellt, die aus einer mehrgliedrigen, von Beuken in T-Schaltung angeordneten Kette von Kondensatoren (C) und Widerständen (R) besteht. Mit dieser Anordnung lassen sich mit Hilfe des Analogiemodells die meisten linearen Wärmeströmungprobleme lösen. Die Verwendung von Gliedern an Stelle eines homogenen Kabels gibt jedoch auch die Möglichkeit, zwei- und dreidimensionale Probleme nachzubilden.
Da die Analogie nur für ein Kabel mit $L = G = 0$ von exakter Gültigkeit ist, bedingt die Ersatzschaltung Fehlermöglichkeiten. Der durch $L \neq 0$ und $G \neq 0$ hervorgerufene Fehler ist dabei um so kleiner, je größer die Anzahl der Glieder der R-C-Kette ist. BEUKEN versuchte, diesen Fehler so weit wie möglich zu verringern, indem er hohe Genauigkeitsanforderungen an die verwendeten Kondensatoren und Widerstände stellte. Die in neuerer Zeit von BROKMEIER aufgestellten Fehlerberechnungen ermöglichen es jedoch, den Fehler quantitativ genau zu untersuchen und die Abweichung der Modellversuche von der genauen Lösung anzugeben, so daß durch eine entsprechende Korrektur das richtige Ergebnis erzielt werden kann. Diese Methode ermöglicht es daher, für das Analogiemodell auch weniger feine Schaltelemente zu verwenden, wie sie in der Rundfunkindustrie gebräuchlich sind. Die Herstellung solcher Modelle wird dadurch wesentlich billiger. Außerdem hat die auf Grund der Fehlerberechnungen von BROKMEIER entwickelte Modell- und Untersuchungsmethode den Vorteil, daß der dem Temperaturfeld analoge Spannungsverlauf in der Kette mit Hilfe eines Kathodenstrahloszillographen sichtbar gemacht werden kann.

411 Mathematische Behandlung des Analogieverfahrens

Die beiden analogen Differentialgleichungen lauten:

für eindimensionale Wärmeleitung

$$\frac{\partial \vartheta}{\partial t_w} = a \cdot \frac{\partial^2 \vartheta}{\partial x_w^2} \quad , \tag{3}$$

worin ϑ die Temperatur, x_w eine beliebige Stelle des Körpers, t_w die Zeit im thermischen System und $a = \frac{\lambda}{c \varrho}$ die Temperaturleitfähigkeit bezeichnen;
für das induktionsfreie Kabel

$$\frac{\partial U}{\partial t_e} = \frac{1}{R \cdot C} \cdot \frac{\partial^2 U}{\partial x_e^2} \quad , \tag{48}$$

worin U die elektrische Spannung an der Stelle x_e in der Zeit t_e bezeichnet, R und C den elektrischen Widerstand und die elektrische Kapazität pro Längeneinheit (bzw. pro Glied in der Kabelersatzschaltung).

Gl. (3) wird durch den quaderförmigen Probekörper realisiert, durch dessen Stirnfläche F von einer äußeren Wärmequelle der konstante Wärmestrom q_n in Richtung der Normalen hineingeschickt wird. Denkt man sich den Körper dabei in n Volumenelemente mit der Fläche F und der Höhe h aufgeteilt und bezeichnet die Temperatur an einer beliebigen Stelle i mit ϑ_i, so läßt sich Gl. (3) in die Differenzengleichung

$$\frac{\partial \vartheta}{\partial t_w} = \frac{2a}{h} \left(\vartheta_{i+1} - 2\vartheta_i + \vartheta_{i-1} \right) \tag{49}$$

umschreiben. Der konstante Wärmestrom ist dann

$$q_n = \frac{dQ}{dt} = -F \cdot \lambda \frac{\Delta \vartheta}{\Delta x} = -F \cdot \lambda \frac{\vartheta_i - \vartheta_{i-1}}{h/2} \quad . \tag{50}$$

Gl. (48) wird durch eine n-gliedrige R-C-Kette realisiert, durch die der konstante elektrische Strom J fließt. Bezeichnet man die Spannung an einer beliebigen Stelle i mit U_i, dann läßt sich Gl. (48) analog zu Gl. (49) in die Differenzengleichung

$$\frac{\partial U_i}{\partial t_e} = \frac{2}{R \cdot C} \left(U_{i-1} - 2U_i + U_{i+1} \right) \tag{51}$$

umschreiben. Für den konstanten elektrischen Strom ergibt sich dann

$$J = -\frac{2}{R}(u_{i} - u_{i-1}). \qquad (52)$$

Die Gleichungen (49) und (51) sowie (50) und (52) sind nun der Form nach identisch. Daraus ergibt sich folgende Analogie zwischen elektrischem und thermischem System:

Tabelle 3

thermische Größe	analoge elektrische Größe
Temperatur ϑ [Grad]	Spannung U [V]
Wärmestrom q_n [cal sec^{-1}]	elektrischer Strom J [A]
Zeit t_w [sec]	Zeit t_e [sec]
Länge x_w [cm]	Länge x_e des Kabels bzw. Anzahl n der Glieder
Wärmewiderstand $\varkappa$ [Grad sec cal^{-1}]	elektrischer Widerstand R [Ω]
Wärmekapazität C_w [cal $Grad^{-1}$]	elektrische Kapazität C [A sec V^{-1}]
Wärmeleitfähigkeit λ [cal cm^{-1} $Grad^{-1}$ sec^{-1}]	elektrische Leitfähigkeit $\frac{1}{R}$ [Ω^{-1}]

412 Anwendung der Analogiemethode

Sind die Stoffkonstanten des Probekörpers schon ungefähr bekannt, so läßt sich nun das Temperaturfeld durch den elektrischen Spannungsverlauf mit der Zeit in der R-C-Kette ermitteln.
Außerdem kann mit Hilfe des Analogiemodells auf einfache Weise untersucht werden, wie die experimentelle Lösung der Differentialgleichung (3) aussieht, wenn die Rückseite des Probekörpers a) auf konstanter Temperatur

gehalten, b) wärmeisoliert wird (d.h. kein Wärmekontakt stattfindet), indem das Ende der R-C-Kette a) kurzgeschlossen und b) geöffnet wird, während der konstante elektrische Strom hineinfließt.
Die Untersuchungen wurden für würfelförmige Probekörper von 10 x 10 x 10 mm^3 für die 5 Prüfstoffe Quarz, Beryll, Glas, Quarzglas und Plexiglas durchgeführt. Für die dabei erforderliche Kenntnis der Stoffkonstanten sind die Ergebnisse schon bekannter Untersuchungen verwendet worden [1]. Der konstante Wärmestrom q_n wurde in einer Größe von q_n = 0,2 W vorgewählt. Bei der Untersuchung wurde die von BROKMEIER entwickelte Analogiemodell- und Untersuchungsmethode unter Berücksichtigung der dort aufgestellten Fehlerberechnungen angewandt. Die Meßgenauigkeit betrug danach etwa ± 4%. Die verwendete R-C-Kette hat 20 Glieder mit R = 25 kΩ und C = 0,25 µF (s.Abb.12).

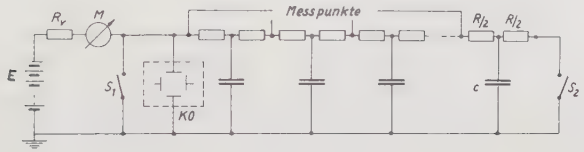

Abb. 12 Schaltbild des verwendeten Analogiemodells

Nach den vorgegebenen Größen wurde die Proportionalität zwischen dem Analogiemodell und dem jeweiligen thermischen Original errechnet und danach der konstante Strom J für die Kette bestimmt. Der Spannungsverlauf in der Kette wurde auf dem Oszillographenschirm sichtbar gemacht und photographisch registriert.

---

1) Die Daten wurden dem Taschenbuch D'ANS/LAX entnommen.

Das Ergebnis der Untersuchungen erbrachte die Gültigkeit von $\vartheta_{(o,t)} = \text{const} \cdot \sqrt{t}$ für den Temperaturverlauf im Anlaufvorgang innerhalb derselben Meßzeiten, die sich dann auch aus der in Abschnitt 331 dargestellten Berechnung ergaben (vgl. Tabelle 1). Die Abweichungen zwischen den Ergebnissen liegen innerhalb der für das Analogieverfahren berechneten Meßgenauigkeit von ca. $\pm$ 4 %. Ebenso ergab bereits die experimentelle Voruntersuchung mit Hilfe des Analogieverfahrens, daß die Randbedingung an der Rückseite des Probekörpers innerhalb der maximal zulässigen Meßzeit keinen Einfluß auf den Temperaturverlauf hat, d.h., daß der Körper sich an der betrachteten Stelle wie ein unendlich ausgedehnter verhält.

Im folgenden Abschnitt wird die Durchführung der Untersuchungen an einem Beispiel gezeigt.

413 Durchführung der Analogiemethode

Die Untersuchung wird für Quarz // c mit den Stoffkonstanten $a = 5{,}97\ 10^{-2}\ cm^2\ sec^{-1}$ und $\lambda = 0{,}03\ cal\ cm^{-1}\ sec^{-1}\ {}^{o}C^{-1}$ durchgeführt. Das thermische Original sei ein Probewürfel mit der Kantenlänge 10 mm, durch dessen Stirnfläche $F = 1\ cm^2$ in Richtung parallel zur kristallographischen c-Achse der konstante Wärmestrom $q_n = 0{,}2$ W fließe. Damit der zeitliche Temperaturverlauf dem analogen Spannungsverlauf in der verwendeten 20-gliedrigen R-C-Kette mit $R = 25\ k\Omega$ und $C = 0{,}25\ \mu F$ proportional ist, setzen wir die in Tabelle 3 erhaltenen analogen Größen aus Wärme- und elektrischem System durch Einführung entsprechender Proportionalitätsfaktoren gleich und erhalten:

$$t_w = k \cdot t_e \tag{53}$$

$$\vartheta = \frac{1}{s} \cdot U \tag{54}$$

$$x_w = h \cdot x_e = h \cdot n \tag{55}$$

$$\varkappa \cdot C_w = k \cdot R \cdot C \tag{56}$$

$$\varkappa = \frac{1}{g} \cdot R \tag{57}$$

$$C_w = \frac{k}{p} \cdot C \tag{58}$$

$$q_n = \frac{1}{r} \cdot J \tag{59}$$

Aus Gl. (55) ergibt sich

$$h = \frac{x_w}{n} = \frac{1 \text{ cm}}{20} = 0{,}05 \text{ cm}.$$

D.h. jedem Glied der Kette entspricht ein Volumenelement des Körpers mit der Höhe h = 0,05 cm und der Fläche F = 1 cm^2.
Damit läßt sich die Wärmekapazität C_w und der Wärmewiderstand $\varkappa$ eines Volumenelementes berechnen:

$$C_w = \varrho \cdot F \cdot h \cdot c = 2{,}518 \cdot 10^{-2} \text{ cal} \cdot {}^{\circ}C^{-1}$$

und

$$\varkappa = \frac{h}{\lambda \cdot F} = \frac{0{,}05}{0{,}03 \cdot 1} = 1{,}667 \text{ cal}^{-1} \cdot \text{sec} \cdot {}^{\circ}C .$$

Aus Gl. (56) kann dann k berechnet werden:

$$k = \frac{\varkappa \cdot C_w}{R \cdot C} = \frac{1{,}667 \cdot 2{,}519 \cdot 10^{-2}}{6{,}25 \cdot 10^{-3}} = 6{,}71.$$

k ist eine dimensionslose Konstante, die das Verhältnis der Zeit zwischen thermischem und elektrischem System angibt.
Für Gl. (53) ergibt sich danach

$$t_w = 6{,}71 \; t_e;$$

d.h. einer Sekunde im thermischen System entsprechen 6,71 sec im elektrischen System.
Aus Gl. (57) und (58) werden die Proportionalitätsfaktoren g und p berechnet zu

$$g = \frac{R}{\varkappa} = \frac{25 \cdot 10^3}{1{,}667} = 15 \cdot 10^{-3} \text{ V} \cdot \text{cal} \cdot \text{A}^{-1} \cdot \text{sec}^{-1} \cdot {}^{\circ}C^{-1}$$

und

$$p = k\,\frac{C}{C_w} = 6{,}71\,\frac{0{,}25 \cdot 10^{-6}}{2{,}518 \cdot 10^{-2}} = 6{,}67 \cdot 10^{-5}$$

$$A \cdot \sec \cdot {}^{o}C \cdot V^{-1} \cdot cal^{-1} .$$

Für Gl. (54) wird angenommen, daß einem Grad im thermischen System 5 V im elektrischen entsprechen, d.h. der Proportionalitätsfaktor wird mit s = 5 eingesetzt, wobei diese Zahl eine willkürliche Festsetzung ist, die der Meßanordnung angepaßt wird.
Aus Gl. (50) und (52) erhält man dann den Proportionalitätsfaktor r:

$$\frac{J}{q_n} = r = \frac{s}{g} = \frac{5}{15 \cdot 10^{3}} = 0{,}333 \cdot 10^{-3} \quad A \cdot \sec \cdot cal^{-1} .$$

Bei vorgegebenem Wärmestrom q_n läßt sich jetzt aus Gl. (59) der konstante elektrische Strom J errechnen, der die Kette durchfließen muß, damit der zeitliche Spannungsverlauf dem zeitlichen Temperaturverlauf im Quarzwürfel entspricht. q_n wurde mit 0,2 W = 0,0478 cal sec^{-1} vorgegeben. Dann ist

$$J = r \cdot q_n = 0{,}333 \cdot 10^{-3} \cdot 0{,}0478 = 15{,}9 \cdot 10^{-6} \quad A .$$

Aus den Gl. (53) bis (59) ergibt sich damit folgende Proportionalität: Fließt der konstante elektrische Strom $J = 15{,}9 \cdot 10^{-6}$ A durch die Kette, dann entspricht ein Spannungsanstieg von 5 V an dem Glied n_i der Kette in der Zeit t_e = 6,71 sec dem Temperaturanstieg von 1 °C an der Stelle x_i des Quarzwürfels in der Zeit t_w = 1 sec.

Messungen: Die Spannungsquelle E liefert für die R-C-Kette den konstanten Gleichstrom J = 15,9 μA (s.Abb.12). Der Spannungsanstieg in der Zeit t_e wurde gemessen an den Gliedern n = 0; 4; 8; 16. Das entspricht dem Temperaturanstieg im Quarzwürfel in der Zeit t_w in den Tiefen x = 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 cm.
Die Messungen wurden durchgeführt

a) bei kurzgeschlossenem Ende der Kette, so daß der Spannungsverlauf dem Temperaturverlauf im Quarz-

würfel entspricht, wenn dessen Rückseite auf konstanter Temperatur gehalten wird,

b) bei geöffnetem Ende der Kette, so daß der Spannungsverlauf dem Temperaturverlauf im Quarzwürfel entspricht, wenn dessen Rückseite wärmeisoliert wird.

Für die Messung der Spannungsverläufe wurde der Elektronenstrahloszillograph Tektronix Typ 520 verwendet. Die Oszillogramme wurden photographisch registriert und graphisch ausgewertet.

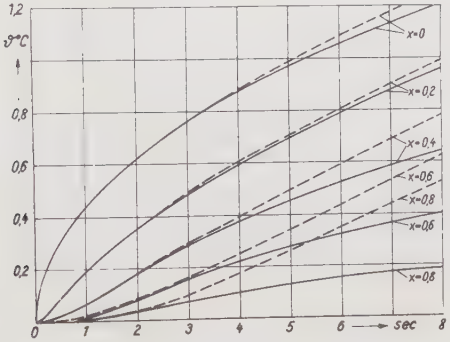

Abb. 13 Verlauf der Funktion $\vartheta = f(t)$ in verschiedenen Tiefen des Quarzwürfels, ——— bei auf konstanter Temperatur gehaltener, ------ bei wärmeisolierter Rückseite.

In Abb. 13 ist die Abhängigkeit $\vartheta = \frac{1}{s} \cdot U$ von der Zeit $t_w = k \cdot t_e$ dargestellt. Die ausgezogene Kurve beschreibt den Verlauf bei kurzgeschlossenem Ende der Kette, d.h. wenn die Rückseite des Quarzwürfels auf konstanter Temperatur gehalten wird; die gestrichelte Kurve gibt den Verlauf bei geöffneter Kette wieder, d.h. wenn die Rück-

seite des Quarzwürfels wärmeisoliert ist.
Aus der Abbildung geht hervor, daß der Kurvenverlauf für den Spannungsanstieg am Anfang der Kette bzw. den Temperaturanstieg an der Stirnfläche des thermischen Originals bei verschiedenen Randbedingungen am Ende der Kette bzw. an der Rückseite des thermischen Originals bis zu einer Zeit von t = 3 sec gleich ist, und daß innerhalb dieser Zeit die gemessene Funktion $\vartheta_{(o,t)} = \text{const} \cdot \sqrt{t}$ mit der aus Gl. (9) übereinstimmt.

5 Die praktische Durchführung des Verfahrens

51 Das Meßelement

Zur Herstellung einer konstanten Wärmestromdichte und Messung der Temperaturerhöhung an einer Stirnfläche der Probe dient eine dünne Metallschicht, die elektrisch aufheizbar und temperaturabhängig ist. Sie fungiert bei Aufheizung durch einen konstanten elektrischen Strom als Heizschicht und zugleich als Widerstandsthermometer zur Anzeige der Temperatur an der beheizten Probenoberfläche.

Der Träger dieser Schicht ist beim Absolutverfahren der jeweilige Probekörper selbst; beim Relativverfahren ein geeigneter Standardkörper aus elektrisch isolierendem Material. Dieser Standardkörper mit der auf eine seiner Stirnflächen aufgetragenen Metallschicht wird als Meßelement bezeichnet. In zwei Versuchsabschnitten wird bei den Relativmessungen dann jeweils eine planpolierte Stirnfläche des Probekörpers und des Vergleichskörpers gegen die Schichtfläche dieses Meßelementes angedrückt.

Abb. 14 Ansicht des Meßelementes (bzw. der Meßanordnung beim Absolutverfahren)

Der Schichtträger - also beim Absolutverfahren der Probe-

körper selbst, beim Relativverfahren der Standardkörper - hat bei der hier ausgeführten Meßanordnung die Form eines Würfels (Kantenlänge 10 mm). Für die Stromversorgung der Schicht sowie für das Widerstandsmeßverfahren mittels einer Wheatstone-Brücke sind zwei seiner planparallelen Seitenflächen mit einer doppel-T-förmigen Leitsilberschicht versehen, an deren schichtabgewandten Streifen die Zuleitungsdrähte angelötet sind.

511 Herstellung des Meßelementes

Als Material des Standardkörpers wurde Glas BK 7 mit der Schmelz-Nr. 9391 gewählt. Die wärmetechnischen Daten dieser Glassorte wurden von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt Braunschweig nach dem stationären Verfahren bestimmt zu: Wärmeleitfähigkeit bei 20°C $\lambda = 0{,}948$ kcal/m·h·Grad

Dichte $\varrho = 2{,}52$ g/cm^3

mittlere spezifische Wärme zwischen 20°C und 100°C $c_m = 0{,}198$ cal/Grad·g .

Aus diesem Material wurde ein Würfel mit der Kantenlänge 10 mm hergestellt. Die mit der Metallschicht zu versehende Stirnfläche wurde planpoliert (Krümmungsradius > 500 m).[1] Vor dem Auftragen der Schicht wurden zwei parallele Seitenflächen mit der doppel-T-förmigen Leitsilberschicht so bestrichen, daß je ein T-Balken mit einer Kante der polierten Stirnfläche abschließt, während die beiderseitig gegenüberliegenden zum Anlöten der elektrischen Leitungsdrähte dienen.[2] Diese Form wurde gewählt, um die Wärmeableitung möglichst gering zu halten.

Auf die planpolierte Stirnfläche wurde sodann die als Wärmequelle und Widerstandsthermometer verwendete dünne Metallschicht aufgetragen. Die Schicht muß dabei folgende Voraussetzungen erfüllen: Sie soll

1. fest auf dem Standardkörper haften,

---

[1] Die Herstellung des Standardkörpers erfolgte durch die Fa. Spindler & Hoyer, Göttingen

[2] Leitsilber Nr. 207 von der Fa. Degussa, Hanau

2. einen elektrischen Widerstand haben, der dem verwendeten Brückenmeßinstrument angepaßt ist,
3. einen großen Temperaturkoeffizienten besitzen und
4. mit der erforderlichen Heizleistung belastbar sein,

wobei die durch die Belastung hervorgerufene Widerstandsänderung reversibel und linear verlaufen soll.

Da die von der Schichtdicke und der Art der Herstellung abhängigen Eigenschaften von dünnen Schichten von denen der kompakten Materialien abweichen, können die als Schichtmaterial geeignet erscheinenden Metalle und Legierungen erst nach der Schichtherstellung auf diese Anforderungen geprüft werden. Bei den durchgeführten Untersuchungen erwies sich Platin als besonders günstig und wurde daher als Schichtmaterial für die hier ausgeführte Meßanordnung gewählt. (Bei der Verwendung von Wismuth zeigte sich ein negativer Temperaturkoeffizient, und die Schicht neigt bei Alterung zu irreversiblen Widerstandsänderungen).

Da sich Platin leichter zerstäuben als aufdampfen läßt, wurde die Schichtherstellung im Kathodenzerstäubungsverfahren durchgeführt, obwohl dabei gegenüber Aufdampfungsschichten kleinere Temperaturkoeffizienten in Kauf genommen werden müssen.
Zur Anpassung an das verwendete Brückenmeßinstrument bei einem möglichst großen Temperaturkoeffizienten erwies sich der elektrische Widerstand der Platinschicht in einer Größe von ca. 100 Ω am günstigsten.
Zur Zerstäubung diente ein Platinblech von 40 x 40 x 0,4 mm^3. Der Standardkörper wurde vor Beginn der Schichtherstellung sorgfältig gereinigt und fettfrei gehalten.
Die Herstellung der Platinschicht mit dem elektrischen Widerstand von ca. 100 Ω auf der 1 cm^2 großen polierten Fläche des Standardkörpers aus Glas BK 7 im Kathodenzerstäubungsverfahren dauerte 7 1/2 Min. Die Entfernung von der Kathode betrug 55 mm; die angelegte Spannung betrug ca. 1800 V bei geerdeter Anode und einem Anodenstrom von 6 mA.

Die Schichtdicke wurde mit Hilfe eines Interferenzmikroskopes im Tolansky-Verfahren gemessen. Es ergab sich eine mittlere Dicke von δ = 850 Å.

Zur Vermeidung von späteren Gefügeänderungen wurde die Platinschicht nach ihrer Herstellung gealtert, indem sie mehrere Stunden lang Temperaturen von 80 - 100°C ausgesetzt wurde; - die größte Temperaturzunahme beim Meßvorgang liegt bei ca. 2°C. Bei der Prüfung der Alterungsbeständigkeit durch elektrisches Aufheizen der Schicht auf eine ebenfalls weit über der des Meßvorgangs liegende Temperatur blieb die Linearität der Widerstandsänderung $\Delta R = f(\Delta \vartheta)$ gut erhalten.

Zum Schutz gegen mechanische Beanspruchung der Schicht empfiehlt es sich, dieser eine dünne SiO_2-Schicht aufzudampfen.

512 Bestimmung des Temperaturkoeffizienten des Schichtwiderstandes

Den Temperaturkoeffizienten α^* (1/ °C) des Schichtwiderstandes bestimmt man nach vorgenommener Alterung aus der Beziehung

$$\alpha^* = \frac{R_\vartheta - R_0}{R_0 \cdot (\vartheta - \vartheta_0)} \,. \qquad (60)$$

Hierbei sind: R_0 = Schichtwiderstand bei der Temperatur ϑ_0 (Zimmertemperatur), R_ϑ = Schichtwiderstand bei der Temperatur ϑ .

Das Meßelement wurde in einem wasserdichten Metallgefäß in Luft aufgehängt, in dem ein Quecksilberthermometer mit 1/10 °C - Einteilung angebracht war. Dieses Gefäß mit dem darin befindlichen Meßelement wurde in einen Thermostaten mit Wasserfüllung eingetaucht. Steigt die Temperatur im Thermostaten und damit die des Meßelementes um $\Delta\vartheta = \vartheta - \vartheta_0$, so ändert sich der Schichtwiderstand um $\Delta R = R_\vartheta - R_0$. Der Temperaturanstieg $\Delta\vartheta$ wurde durch genaue Ablesung des

Quecksilberthermometers bestimmt. Die Widerstandsänderung $\Delta R = R_{\vartheta} - R_0$ wurde mit Hilfe einer Wheatstone-Brücke im Kompensationsverfahren ermittelt (vgl. Schaltbild Abb. 15).

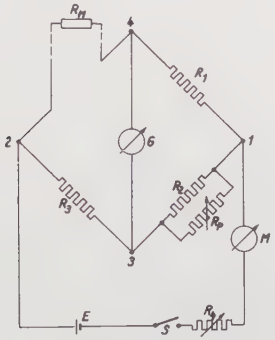

Abb. 15 Brückenschaltung, Kompensationsverfahren

Um die Linearität der Funktion $\Delta R = f(\Delta\vartheta)$ zu prüfen, wurde der Ausschlag des als Brückenmeßinstrument verwendeten Galvanometers gegen die Temperatur aufgetragen (Abb. 16). Wie aus der Abbildung ersichtlich ist, verläuft die Widerstandsänderung linear.

Der Temperaturkoeffizient α^* des Platinschichtwiderstandes ergab sich zu etwa 1/10 von demjenigen des kompakten Platin.

Während sich der Widerstand der Platinschicht nach 80 Versuchsmessungen zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit innerhalb von 10 Tagen infolge mechanischer Beanspruchung um $\pm$ 5,5% änderte, zeigte α^* nach demselben Arbeitsabschnitt eine Änderung von nur 1,4% auf. Infolgedessen

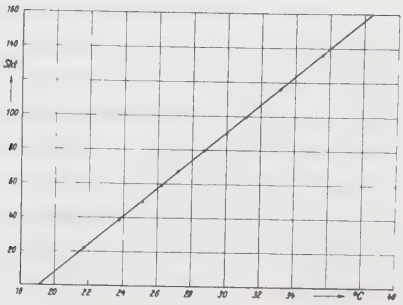

Abb. 16 Ausschlag des als Brückenmeßinstrument verwendeten Galvanometers als Funktion von der Zeit

darf angenommen werden, daß α^* während einer Meßreihe konstant bleibt. Es genügt also, vor Beginn einer Meßreihe eine Neubestimmung von α^* vorzunehmen.

52 Mechanischer Aufbau der Meßanordnung

521 Absolutverfahren

Die hier ausgeführte Anordnung beim Absolutverfahren ist durch das in Abb. 14 dargestellte Meßelement wiedergegeben. Sie besteht aus einem würfelförmigen Probekörper mit der Kantenlänge 10 mm, auf dessen planpolierter Stirnfläche die Platinschicht aufgetragen ist. Die Anordnung ist mit der der Schichtseite entgegengesetzten Fläche auf eine beliebige Unterlage aufgesetzt. Um Störungen durch Luftströmung zu vermeiden, wird sie mit einer Plexiglas-Haube abgedeckt.

522 Relativverfahren

Die Anordnung beim Relativverfahren wird in 2 Versuchsab-

schnitten durchgeführt: Das vorn beschriebene Meßelement wird mit seiner Schichtfläche einmal auf eine planpolierte Stirnfläche des Probekörpers und zum anderen auf die eines Vergleichskörpers mit bekannten Stoffkonstanten angedrückt. Dies erfolgt mittels eines Stempels, welcher auf der der Schichtseite entgegengesetzten Fläche aufliegt und durch eine Spiralfeder einen konstanten Druck von ca. o,6 Kilopond/cm^2 ausübt (s.Abb.17). Dadurch wird der Einfluß von Luftpolstern zwischen den Berührungsflächen gering gehalten.

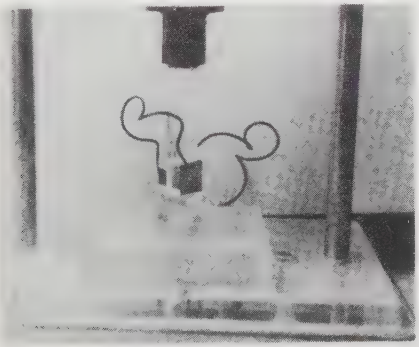

Abb. 17 Ansicht der Meßanordnung beim Relativverfahren mit würfelförmigem Probekörper

Um den Wärmekontakt zwischen den Berührungsflächen zu verbessern, wurden versuchsweise Glyzerin und Silicon-Öl als Zwischenschichten verwendet. Der Temperaturkoeffizient des Platinschichtwiderstandes wird dadurch jedoch geändert; es zeigte sich, daß die Linearität der Funktion $\Delta R = f(\Delta \vartheta)$ nicht so gut erhalten blieb. Da sich der geringe Einfluß der Luftpolster bei den Vergleichsmessungen praktisch aufhebt, wurde daher von der weiteren Verwendung solcher Zwischenschichten abgesehen.

Als Unterlage für die Anordnung dient eine Plexiglasplatte,

auf welcher der Probekörper mit der planpolierten Fläche nach oben aufgesetzt wird. Zum Schutz gegen Luftströmung wird die Anordnung wie beim Absolutverfahren mit einer Plexiglas-Haube abgedeckt.

Die Anordnung wurde für Probekörper verschiedener Form ausgeführt:

Am zweckmäßigsten wird aus der Probe ein Quader hergestellt, dessen polierte Stirnfläche deckungsgleich mit der aufliegenden Schichtfläche des Meßelementes ist. Für diesen läßt sich die maximal zulässige Meßzeit sowie der durch seitliche Wärmeabgabe entstehende Fehler nach Ziffer 331/332 vorausberechnen. Der Vergleichskörper ist hierbei ein Quader gleicher Abmessung.
Für die hier ausgeführte Meßanordnung wurden Probe- bzw. Vergleichskörper in diesem Fall als Würfel mit der Kantenlänge 10 mm gewählt (s.Abb.17).

Soll hingegen die ursprüngliche Form eines Probekörpers bei der Messung so weit wie möglich erhalten bleiben, so wird nur die jeweils interessierende Fläche planpoliert, wobei diese größer als die Schichtfläche des Meßelementes sein soll. Der Probekörper wird so auf die Unterlage aufgesetzt, daß seine plane Fläche waagerecht nach oben liegt, und das Meßelement angedrückt werden kann. Nötigenfalls kann der Probekörper dazu auf die Unterlage festgekittet werden.
Der Vergleichskörper wurde für diese Anordnung in Form einer Platte gewählt, deren planpolierte Stirnfläche ebenfalls größer als die Heizfläche ist.

53 Meßbrücke

Zur Messung der Änderung des Schichtwiderstandes dient eine Wheatstone-Brücke. Die elektrische Schaltung ist in Abb. 18 dargestellt.

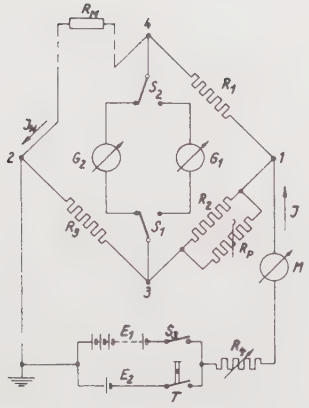

Abb. 18 Schaltbild der Meßbrücke

R_M = Meßelement

R_1, R_2, R_3 = fest eingebaute temperaturunabhängige Widerstände [1)]

R_P = Stöpselwiderstand parallel zu R_2, um die Brücke möglichst genau abgleichen zu können

G_1 = schnellschwingendes Spiegelgalvanometer als Brückenmeßinstrument

G_2 = hochempfindliches Spiegelgalvanometer zum Brückenabgleich

E_1 [2)] und E_2 = regelbare Gleichspannungsquellen, die den konstanten elektrischen Hauptstrom J bzw. den Brückenabgleichsstrom liefern

M = Gleichstrommeßinstrument, das die Größe des Hauptstromes J anzeigt [3)]

---

1) Widerstände von der Fa. Ruhstrat, Göttingen

2) Transistor-Netzgerät von der Fa. Gossen, Erlangen

3) Gleichstrommeßgerät Klasse 0,1 von der Fa. Hartmann & Braun

S_1, S_2 = doppelpol. Umschalter

S_3 = Schalter für Hauptstrom

T = Drucktaste für Brückenabgleich

R_4 = regelbarer Vorwiderstand für die Feineinstellung des Brückenstromes

Bei der im Rahmen dieser Arbeit ausgeführten Meßanordnung wurde für G_1 ein Galvanometer mit folgenden Daten benutzt[1]:

Schwingungsdauer $T_o = 0{,}025$ sec

Stromempfindlichkeit $c_i = 6{,}10 \cdot 10^{-8} \frac{A}{mm/m}$

Innenwiderstand $R_i = 85\ \Omega$

äußerer Grenzwiderstand $R_{agr} = 450\ \Omega$.

Der Widerstand des Meßelementes R_2 beträgt ca. $100\ \Omega$.

Die Brückenwiderstände wurden gewählt mit $R_1 = 600{,}0\ \Omega$, $R_3 = 40{,}0\ \Omega$, $R_2 = 300{,}0\ \Omega$. R_1 muß gegenüber R_M groß genug sein, damit die Widerstandsänderung von R_M keine merkliche Änderung in der Heizleistung hervorrufen kann.

Bei dieser Zusammensetzung ist der Meßkreiswiderstand R_{MK} kleiner als der aperiodische Grenzwiderstand R_{agr}. Dabei tritt das sogenannte aperiodische Kriechen des Galvanometers auf. Um die kürzeste Einstellzeit des Galvanometers zu erreichen, kann ein Vorwiderstand R_V in den Meßkreis eingeschaltet werden, so daß $R_{MK} + R_V \approx R_{agr}$ ist (aperiodischer Grenzfall). Die Empfindlichkeit der Meßanordnung nimmt dabei jedoch ab. Man arbeitet deshalb vorteilhafter im aperiodischen Gebiet (ohne Vorwiderstand R_V) und ermittelt für den angelegten Meßkreiswiderstand R_{MK} die entsprechende Zeitkonstante Z. Wie später gezeigt wird, lassen sich die bei kurzen Zeiten auftretenden Einstellfehler rechnerisch erfassen.

---

1) Galvanometer Typ 18 von der Fa. Ruhstrat, Göttingen

54 Registrierung

Die Registrierung des Ausschlages des als Brückenmeßinstrument verwendeten Spiegelgalvanometers geschieht photographisch. Dazu wurde ein Kymograph mit verschiedenen Schreibgeschwindigkeiten benutzt (Papierbreite 12 cm). Die geringe Spiegelfläche des schnellschwingenden Galvanometers (G_1) machte die Verwendung eines hochempfindlichen Photopapiers notwendig[1].
Um die Registriergeschwindigkeit genau bestimmen zu können, wurde gleichzeitig mit Hilfe eines weiteren Galvanometers die Kurve des technischen Wechselstroms mit der Frequenz 50 Hz aufgenommen. Ferner wurde eine Bezugslinie durch eine feststehende Lampe markiert (s.Abb.21).

55 Korrektion des Galvanometerausschlages

Infolge Dämpfung und mechanischer Trägheit des als Brückenmeßinstrument verwendeten Galvanometers ist der registrierte Ausschlag (φ_m) kleiner als der Sollausschlag (φ_s).

Um aus dem registrierten Ausschlag φ_m den wahren Meßwert zu ermitteln, muß daher ein Korrektionsfaktor K = f(t) eingeführt werden.
Die Differenz zwischen φ_m und φ_s wird beschrieben durch

$$\Delta\varphi = \varphi_s - \varphi_m = f(t).$$

Für den Korrektionsfaktor ergibt sich dann die Beziehung

$$K(t) = \frac{\varphi_s}{\varphi_m} = 1 + \frac{\Delta\varphi}{\varphi_m}. \qquad (61)$$

Bezeichnet man die Zeitkonstante des Einstellvorganges mit Z, so gilt

$$\Delta\varphi = \varphi_s - \varphi_m = Z\frac{d\varphi_m}{dt} \qquad (62)$$

---

1) Bromsilber-Registrierpapier Oscillox-Sö. der Firma Technophot, Berlin-Zehlendorf

oder

$$\frac{d\varphi_m}{dt} + \frac{1}{Z} \cdot \varphi_m - \frac{1}{Z} \cdot \varphi_s = 0 . \qquad (62)$$

Die dem angelegten Meßkreiswiderstand entsprechende Zeitkonstante Z wurde graphisch ermittelt. Bei einem Meßkreiswiderstand von 111 Ω ergab sich Z = 0,0147 sec.
Der Sollausschlag φ_s ist proportional dem Oberflächentemperaturanstieg $\vartheta_{(o,t)}$ und damit gegeben durch die Grundgleichung (9). Bezeichnet man den Proportionalitätsfaktor mit c_1, so ist

$$\varphi_s = c_1 \cdot \vartheta_{(o,t)} = c_1 \frac{2q_o}{\sqrt{\pi}\sqrt{\lambda c \varrho}} \cdot \sqrt{t} = c_2 \cdot \sqrt{t}. \qquad (63)$$

Die Lösung der Differentialgleichung (62) lautet somit

$$\varphi_m = e^{-\frac{t}{Z}} \cdot \left(c_3 + \frac{1}{Z} \int c_2 \cdot \sqrt{t} \cdot e^{\frac{t}{Z}} \cdot dt\right), \qquad (64)$$

wobei c_3 die Integrationskonstante bezeichnet.
Für t = 0 ist $\varphi_m = 0$; daraus folgt $c_3 = 0$
Gl. (62) läßt sich in folgende Reihe umschreiben:

$$\varphi_m = c_2 \cdot Z \cdot e^{-\frac{t}{Z}} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\left(\frac{t}{Z}\right)^n}{n!\,(2n+3)} \cdot 2\, t^{3/2} . \qquad (65)$$

K (t) ergibt sich danach zu

$$K(t) = \frac{\varphi_s}{\varphi_m} = \frac{Z}{2t \cdot e^{-t/Z} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(t/Z)^n}{n!\,(2n+3)}} . \qquad (66)$$

Diese Reihe ist besonders bei kleineren Werten für Z schlecht konvergent. Die Rechnung wurde mit der elektonischen Rechenmaschine IBM 650 durchgeführt.

Z [sec] \ t [sec]	0,05	0,1	0,2	1,0
0,012	1,1676	1,0691	1,0319	1,0061
0,016	1,2512	1,0979	1,0437	1,0081
0,018	1,2969	1,1139	1,0497	1,0092
0,020	1,3446	1,1308	1,0560	1,0102

Tabelle 4

Tabelle 4 zeigt die für K berechneten Werte bei verschiedenen Zeitkonstanten Z.

In Abb. 19 ist die Abhängigkeit $\frac{1}{K-1}$ von der Zeit t für verschiedene Zeitkonstanten Z innerhalb des hier interessierenden Bereiches dargestellt.

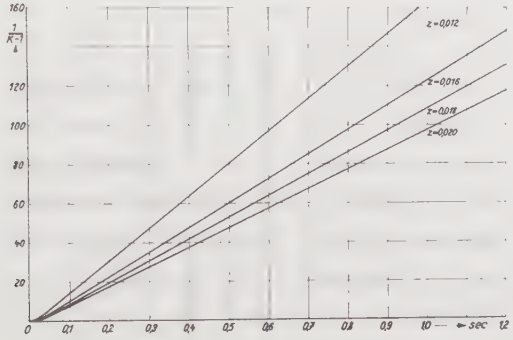

Abb. 19 $\frac{1}{K-1}$ als Funktion von der Zeit für verschiedene Zeitkonstanten

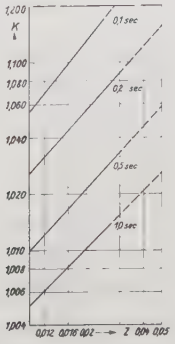

Abb. 20 Abhängigkeit des Korrektionsfaktors von der Zeitkonstanten bei verschiedenen Zeiten

Abb. 20 zeigt die Abhängigkeit des Korrektionsfaktors K von der Zeitkonstanten Z in doppel-logarithmischer Achse innerhalb des hier interessierenden Bereiches.
Mit Hilfe von Abb. 19 und 20 läßt sich der Korrektionsfaktor K für alle in diesem Bereich liegenden Werte Z und t bestimmen.

56 Temperaturmessung

Der Temperaturanstieg an der Stirnfläche des Probekörpers beim Absolutverfahren bzw. an der Berührungsfläche zweier Körper beim Relativverfahren wird durch die Widerstandsänderung des Schichtwiderstandes ermittelt.
Durch die zugeführte elektrische Wärmeenergie entsteht eine Temperaturzunahme ϑ in der Schicht, durch welche sich gleichzeitig ihr Widerstand um ΔR verändert. Hat der Schichtwiderstand den konstanten Temperaturkoeffizienten α^*, dann gilt die Beziehung

$$\Delta R = R_M \cdot \alpha^* \cdot \vartheta \,. \tag{67}$$

Da in der Heizschicht praktisch kein Temperaturabfall auftritt, erhält man damit zugleich die Temperaturzunahme an der Stirnfläche bzw. an den Berührungsflächen.
Der Temperaturkoeffizient α^* wird vor Beginn einer Meßserie auf die in Abschnitt 512 beschriebene Weise bestimmt. Zu dem Widerstand R_M gelangt man, indem man vor dem Aufheizen der Schicht die Brücke mit Hilfe des Galvanometers G_2 und des Stöpselwiderstandes R_P (vgl. Schaltbild 18) möglichst genau abgleicht. Es gilt dann

$$R_M = \frac{R_3 \cdot R_1}{R_S} \tag{68}$$

wobei $\frac{1}{R_S} = \frac{1}{R_2} + \frac{1}{R_P}$ ist.

Durch die Widerstandsänderung ΔR fließt im Galvanometerzweig ein Strom i_g, der einen Ausschlag φ des Galvanometers G_1 hervorruft. Bezeichnet J dan als konstant angenommenen Hauptstrom im unverzweigten Stromkreis und γ den

Widerstand des Galvanometerzweiges, so gilt die Beziehung

$$\frac{\Delta R}{R_{oM}} = \frac{i_g}{J} \cdot \frac{(R_M+R_3)(R_1+R_S) + \delta(R_1+R_M+R_3+R_S)}{R_1 \cdot R_3} \quad . \tag{69}$$

Ist die Stromempfindlichkeit c_i (A/mm/m), so gilt

$$i_g = c_i \cdot \varphi \quad . \tag{70}$$

Der Temperaturanstieg $\vartheta_{(o,t)}$ ist also proportional dem Ausschlag $\varphi(t)$ des Brückenmeßinstrumentes, d.h.

$$\vartheta_{(o,t)} \sim \varphi(t)$$

oder bei Einführung eines Proportionalitätsfaktors θ

$$\vartheta_{(o,t)} = \theta \cdot \varphi(t) \quad . \tag{71}$$

Aus den Gl. (67) bis (70) ergibt sich der Proportionalitätsfaktor zu

$$\theta = \frac{1}{\alpha^*} \frac{c_i}{J} \frac{(R_M+R_3)(R_1+R_S) + (R_1+R_M+R_3+R_S)}{R_1 \cdot R_3} \quad . \tag{72}$$

Trägt man den mit der Zeit registrierten Ausschlag φ über $\sqrt{t}$ auf, so ist die Steigung $\frac{d\varphi}{d\sqrt{t}} = \beta$ der sich ergebenden Geraden $\varphi = \text{const}\sqrt{t}$ proportional der Steigung $\frac{d\vartheta_{(o,t)}}{d\sqrt{t}}$ der Geraden $\vartheta_{(o,t)} = \text{const} \cdot \sqrt{t}$, d.h.

$$\frac{d\vartheta_{(o,t)}}{d\sqrt{t}} = \theta \frac{d\varphi}{d\sqrt{t}} = \theta \cdot \beta \quad . \tag{73}$$

Beim Relativverfahren erhält man aus den 2 Versuchsabschnitten die Ausschläge $\varphi(t)_I$ und $\varphi(t)_{II}$, die den zugehörigen Temperaturerhöhungen $\vartheta_{(o,t)_I}$ und $\vartheta_{(o,t)_{II}}$ proportional sind. Bei gleichen Meßbedingungen (gleicher Heizleistung und Beobachtungszeit) sind die Proportionalitätsfaktoren für beide Versuchsabschnitte gleich; es gilt also

$$\frac{\vartheta_{(o,t)_I}}{\vartheta_{(o,t)_{II}}} = \frac{\varphi(t)_I}{\varphi(t)_{II}} \quad . \tag{74}$$

Trägt man die mit der Zeit registrierten Ausschläge φ_I und φ_{II} über $\sqrt{t}$ auf, so gilt für die Steigung der sich ergebenden Geraden das Verhältnis

$$\frac{d\vartheta_{0,t_I}/d\sqrt{t}}{d\vartheta_{0,t_{II}}/d\sqrt{t}} = \frac{d\varphi_I/d\sqrt{t}}{d\varphi_{II}/d\sqrt{t}} = \frac{\beta_I}{\beta_{II}} \quad . \tag{75}$$

6 Diskussion der Fehlerquellen

Die Abweichungen des Systems von den für die Anwendbarkeit der Grundgleichung (9) idealen Bedingungen:
1. in x-Richtung unendlich ausgedehnter Körper
2. Wärmebewegung nur in x-Richtung
konnten bereits in den theoretischen Grundlagen des Verfahrens durch Fehlerberechnungen berücksichtigt werden. In Abschnitt 331 wurde für die erste Bedingung der Fehler ε und in Abschnitt 332 der bei quaderförmigen Probekörpern durch seitliche Wärmeverluste entstehende Fehler ε^* bestimmt. Bei Beibehaltung der ursprünglichen Form von Probekörpern sind diese Fehler durch experimentelle Festlegung der maximal zulässigen Meßzeit nach Abschnitt 303 berücksichtigt.
Auf Grund dieser Berechnungen konnte bei der Entwicklung der Meßanordnung auf Wärmeisolierungsmaßnahmen und Schutzheizung - die auch nur Näherungslösungen darstellen würden - zugunsten der Einfachheit der Apparatur verzichtet werden.

Weiterhin wurde bereits durch Gl. (31) die beim absoluten Verfahren auftretende Wärmeabgabe der Heizschicht an Luft berücksichtigt.

Die beim Relativverfahren auftretenden Wärmeverluste in der Luftschicht zwischen Meßelement und Probe- bzw. Vergleichskörper sind ebenfalls schon im theoretischen Teil diskutiert worden (Abschnitt 362.1). Der entstehende Fehler hebt sich infolge der Vergleichsmessungen auf. Die durch die Luftschicht verursachte Nullpunktverschiebung bei

der Registrierung des Temperaturanstieges, die in Kap. 11 behandelt ist, ist für den Anlaufvorgang praktisch bedeutungslos, da nur die Steigung $\frac{d\vartheta_{0,\delta}}{d\sqrt{t}}$ benötigt wird.

Die Wärmequelle wurde dagegen in der theoretischen Betrachtung als masselos vorausgesetzt. In der Praxis ist diese aber eine Heizschicht in Form eines Platinschichtwiderstandes von der Dicke δ = 850 Å. Der Einfluß der Eigenmasse dieser Schicht ist jedoch sehr gering. Der in der Schicht auftretende Temperaturabfall $\Delta\vartheta$ kann wegen der geringen Dicke aus der Beziehung

$$\Delta\vartheta = q_o \cdot \frac{\delta}{\lambda} \quad , \tag{76}$$

die eigentlich für den stationären Fall gilt, näherungsweise bestimmt werden. Dabei ist für λ die Wärmeleitfähigkeit des Platinschichtwiderstandes einzusetzen. Da die Eigenschaften von dünnen Schichten von denen der kompakten Ursprungsmaterialien abweichen, ist der wahre Wert für die Wärmeleitfähigkeit des Platinschichtwiderstandes aber nicht bekannt. Die Anwendung des Wiedemann-Franz'schen Gesetzes ist für die Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit dieses Widerstandes nicht möglich, weil die Gültigkeit dieses Gesetzes für dünne Schichten noch nicht nachgewiesen ist. Da die verwendete Schicht aber mit einer Dicke von δ = 850 Å einen Vergleich mit massivem Platin zuläßt, kann ihre Wärmeleitfähigkeit näherungsweise in der Größe von einer Zehnerpotenz von der des massiven Platins angesetzt werden. Bei einer Wärmestromdichte von q_o = 0,2 $\frac{W}{cm^2}$ erhält man damit einen Temperaturabfall von $\Delta\vartheta$ = $0{,}24 \cdot 10^{-4}$ °C. Diese Größe kann als Fehler praktisch außer Betracht gelassen werden.

Ein eventuell durch Strahlung verursachter weiterer Wärmeverlust im Meßsystem darf ebenfalls unberücksichtigt bleiben, da die Temperaturzunahme beim Meßvorgang nur etwa 2 °C beträgt.

Der Einfluß der Wärmeableitung durch die für die Stromzuführung verwendeten doppel-T-förmigen Leitsilberstreifen

an den beiden Seitenflächen des Meßelementes wurde experimentell untersucht. Zu diesem Zweck wurden zwei parallele Seitenflächen eines Probewürfels aus Glas BK 7, der die gleichen Abmessungen wie der Standardkörper des Meßelementes hat, mit ebensolchen Leitsilberstreifen versehen. Ein zweiter solcher Glaswürfel ohne Leitsilberstreifen diente als Vergleichskörper. Mit beiden Würfeln wurden mit Hilfe des üblichen Meßelementes Relativmessungen durchgeführt. Aus dem Vergleich der in beiden Versuchsabschnitten registrierten Oberflächentemperaturen ergibt sich dann auf einfache Weise die durch Wärmeableitung des Leitsilbers hervorgerufene Temperaturdifferenz. Die Untersuchungen zeigten, daß bei Verwendung von schmalen und dünnen Leitsilberstreifen kaum eine Abweichung gegenüber dem nicht mit Leitsilber versehenen Körper festzustellen ist. - Der Einfluß dieser geringen Wärmeableitung kommt zudem nur beim absoluten Verfahren in Betracht; beim Relativverfahren hebt er sich infolge der Vergleichsmessungen auf.

7 Durchführung der Messungen

71 Bestimmung des Wärmestroms

Die durch den Schichtwiderstand erzeugte Wärmestromdichte q_o berechnet sich aus der umgesetzten elektrischen Leistung:

$$q_o = \frac{q_n}{F} = 0{,}239 \cdot \frac{1}{F} \cdot R_M \cdot J_H^2 \,. \qquad (77)$$

Dabei bedeuten:

q_n = Wärmestrom ($cal \cdot sec^{-1}$)

F = Heizfläche (cm^2)

$0{,}239$ ($cal \cdot W^{-1} \cdot sec^{-1}$) = elektrisches Wärmeäquivalent

R_M = Widerstand des Schichtwiderstandes (Ω)

J_H = Heizstrom (A), der durch R_M fließt u. sich aus den Widerstandsverhältnissen bei abgeglichener Meßbrücke u. dem Hauptstrom J bestimmen läßt:

$$J_H = J \frac{R_3}{R_3 + R_M} . \qquad (78)$$

Der Hauptstrom J wird durch den Strommesser M gemessen. J muß genau bestimmt werden, da diese Größe quadratisch in die Rechnung eingeht.
Die Wärmeleistung wird unter Berücksichtigung der Belastbarkeit des Schichtwiderstandes sowie des Meßbereiches des Brückenmeßinstrumentes und der Registriermöglichkeit vorgewählt.
Man kann die erforderliche Wärmeleistung experimentell ermitteln, indem man durch Vorversuche feststellt, bei welchem Wärmestrom das Galvanometer seinen Endausschlag in einer gewählten Meßzeit $t_m \leqslant t_{max}$ erreicht. Kann man die Wärmeeindringzahl des Probekörpers abschätzen, so läßt sich die erforderliche Wärmeleistung bei einer gewählten Meßzeit $t_m \leqslant t_{max}$ aber auch theoretisch mit Hilfe von Gl. (30) für das absolute und Gl. (38) für das Relativverfahren ungefähr vorausberechnen.

72 Festlegung der Meßzeit t_m und Zeitmessung

Zunächst wird die maximal zulässige Meßzeit t_{max} nach Gl. (14) berechnet oder experimentell nach Ziffer 333 durch Vorversuche bestimmt. Beim Relativverfahren wird dabei in Gl. (14) an Stelle des Einzelwertes a beim Absolutverfahren die Summe der Temperaturleitfähigkeit a von Probekörper und Standardkörper eingesetzt. Bei Anordnung II des Relativverfahrens ist die Bestimmung der maximal zulässigen Meßzeit nur experimentell möglich.

Nach der Ermittlung der maximal zulässigen Meßzeit wird für die vorzunehmende Messung eine Meßzeit $t_m \leqslant t_{max}$ festgelegt, wobei diese auf den vorgewählten Wärmestrom q_n abgestimmt wird.
Um die Meßzeit t_m während des Meßvorgangs genau messen zu können, wird bei der Registrierung des Galvanometerausschlages gleichzeitig eine Kurve des technischen Wechsel-

stroms mit der Frequenz 50 Hz mitregistriert.

73 Abgleich der Brücke

Vor Beginn der Messung wird die Meßbrücke mit dem veränderlichen Widerstand R_P so abgeglichen, daß das Galvanometer G_2 stromlos ist. Der Probekörper bzw. das Meßelement dürfen während des Brückenabgleichs durch den Brückenabgleichsstrom nicht erwärmt werden. Dies wird durch Verwendung eines hochempfindlichen Galvanometers G_2 erreicht. Die Leistungsaufnahme des Systems kann noch weiter verringert werden, indem der Abgleichsstrom durch die Drucktaste T nur kurzzeitig eingeschaltet wird, da zum Abgleich der Brücke nur die Richtung des Galvanometerausschlags beobachtet zu werden braucht.
Bei den durchgeführten Messungen wurde mit einem Abgleichsstrom J = 6 mA gearbeitet; das entspricht einer Leistung von ca. 0,4 mW in der Heizschicht.

74 Meßvorgang

Man schließt das Meßelement R_M nach Abb. 18 an die Meßbrücke an und nimmt den Abgleich der Brücke vor. Nachdem man sich überzeugt hat, daß die Brücke immer noch abgeglichen ist, - ein Zeichen dafür, daß der Probekörper sich im thermischen Gleichgewicht mit seiner Umgebung befindet, - schaltet man durch die Kontakte S_1, S_2 und S_3 das Galvanometer G_1 und die Spannungsquelle E_1 ein. Von der Zeit t = 0 an fließt der konstante elektrische Strom J, dessen Größe am Strommesser M abgelesen wird. Der Ausschlag φ des Brückenmeßinstrumentes sowie die Zeitmarkierung und die Bezugslinie werden photographisch registriert (s.Abb. 21).
Die Messung erstreckt sich von der Zeit t = 0 bis zur Zeit $t = t_m$.

Abb. 21 Photographisch registrierter Ausschlag des Spiegelgalvanometers im Anlaufvorgang für Glas BK 7 mit Nullinie und Zeitmarkierung

Beim Relativverfahren verläuft derselbe Meßvorgang in zwei Versuchsabschnitten, indem einmal der Ausschlag φ_I für das Meßelement gegen den Probekörper und zum anderen - bei gleicher Wärmeleistung und Meßzeit - der Ausschlag φ_{II} für das Meßelement gegen den Vergleichskörper registriert wird.

8 Auswertung und Meßergebnisse

81 Absolutverfahren

Aus der registrierten Kurve wird nach Gl. (67) bis (70) der Temperaturanstieg $\vartheta_{(o,t)}$ berechnet und über die Wurzel aus der Zeit aufgetragen (Abb. 22). Die sich ergebende Gerade gibt eine Kontrolle über den Gültigkeitsbereich des Grundgesetzes $\vartheta_{(o,t)} = \text{const} \cdot \sqrt{t}$.
Für die Gerade wird die Steigung $\frac{d\vartheta_{(o,t)}}{d\sqrt{t}}$ ermittelt. Aus dieser Größe und der gemäß Gl. (77) berechneten Wärmestromdichte q_o wird zunächst nach Gl. (30) bzw. (31) die Wärmeeindringzahl $b = \sqrt{\lambda c \varrho}$ ermittelt. Die Wärmeleitfähigkeit λ

ergibt sich sodann aus der Beziehung von Wärmeeindringzahl b, spezifischer Wärme c und Dichte ϱ des Probekörpers gemäß Gl. (32).

Beispiel:

Als Beispiel wird der 10 x 10 x 10 mm^3 große Standardkörper aus Glas BK 7 des für die Relativmessungen verwendeten Meßelementes als Probekörper im Absolutverfahren untersucht.

Der Temperaturkoeffizient des Schichtwiderstandes ergab sich zu $\alpha^* = 0{,}380 \cdot 10^{-3}$ (1/ °C).
Die temperaturunabhängigen Widerstände der Meßbrücke waren:

$R_1 = 600{,}0\ \Omega$

$R_2 = 300{,}0\ \Omega$

$R_3 = 40{,}0\ \Omega$.

Die Galvanometerempfindlichkeit betrug: $c_i = 6{,}10 \cdot 10^{-8} \frac{A}{mm/m}$.
Beim Brückenabgleich vor Beginn der Messung war $R_P = 882{,}9\ \Omega$.
Aus Gl. (68) berechnet sich $R_M = 107{,}18\ \Omega$.
Die Messung wurde mit dem konstanten Hauptstrom J = 142,0 mA durchgeführt. Dann ist laut Gl. (78) der Heizstrom des Meßelementes $J_H = 38{,}59$ mA und danach die erzeugte elektrische Leistung nach Gl. (77) 0,1596 W. Das elektrische Wärmeäquivalent ergibt die aus der elektrischen Leistung umgesetzte Wärmeleistung zu

$$q_n = 0{,}239 \cdot 0{,}1596 = 0{,}0382 \quad \text{cal/sec}$$

und damit die Wärmestromdichte

$$q_o = \frac{q_n}{F} = \frac{0{,}0382}{1} = 0{,}0382 \quad \text{cal/cm}^2 \cdot \text{sec} \quad .$$

Durch diese Wärmeleistung ergibt sich nach 1 sec auf eine Entfernung von 1 m ein mittlerer Galvanometerausschlag von $\varphi = 120{,}2$ mm.

Aus Gl. (70) berechnet sich der Galvanometerstrom zu

$$i_g = 120{,}2 \cdot 6{,}10 \cdot 10^{-8} = 733{,}2 \cdot 10^{-8} = 7{,}33 \cdot 10^{-6} \text{ A} .$$

Die Widerstandsänderung beträgt also in 1 sec pro Ω gemäß Gl. (69)

$$\frac{\Delta R}{R_{oM}} = 4{,}485 \cdot 10^{-4}.$$

Diesem Wert entspricht nach Gl. (67) für t = 1 sec ein Temperaturanstieg an der Stirnfläche des Probekörpers von

$$\vartheta_{(o,t)} = \frac{4{,}485 \cdot 10^{-4}}{0{,}380 \cdot 10^{-3}} = 1{,}180 \quad {}^{\circ}C .$$

Damit wird die Steigung der über die Wurzel aus der Zeit aufgetragenen Oberflächentemperatur $\frac{d\vartheta_{(o,t)}}{d\sqrt{t}} = 1{,}180\ {}^{\circ}C\ \text{sec}^{-1/2}$. Setzt man diese Größe in Gl. (30) ein, so erhält man die Wärmeeindringzahl

$$\sqrt{\lambda c \varrho} = \frac{2 \cdot 0{,}0382}{\sqrt{\pi} \cdot 1{,}180} = 3{,}65 \cdot 10^{-2} \quad \frac{\text{cal}}{\text{cm}^2 \cdot \text{sec}^{1/2} \cdot {}^{\circ}C} .$$

Daraus ist die Wärmeleitfähigkeit λ zu berechnen mit

$$\lambda = \frac{(3{,}65 \cdot 10^{-2})^2}{c \cdot \varrho} = 2{,}66 \cdot 10^{-3} \quad \frac{\text{cal}}{\text{sec} \cdot \text{cm} \cdot {}^{\circ}C} .$$

Berücksichtigt man durch Verwendung der Gl. (31) die Wärmeabgabe an Luft, so erhält man

$$\sqrt{\lambda c \varrho} = 3{,}65 \cdot 10^{-2} - 1{,}31 \cdot 10^{-4} = 3{,}64 \cdot 10^{-2}$$
$$\text{cal} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1/2} \cdot {}^{\circ}C^{-1}$$

und daraus

$$\lambda = 2{,}65 \cdot 10^{-3} \quad \text{cal} \cdot \text{sec}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot {}^{\circ}C^{-1}$$

Die seitlichen Wärmeverluste innerhalb dieser Meßzeit sind praktisch gleich Null.

Die Streuung des Meßwertes lag bei ± 1%.

Die von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt Braunschweig durchgeführte Vergleichsmessung nach dem stationären Verfahren an einem plattenförmigen Probekörper von

48 cm^3 ergab die Wärmeleitfähigkeit von Glas BK 7 zu

$$\lambda = 2{,}63 \cdot 10^{-3} \quad cal \cdot sec^{-1} \cdot cm^{-1} \cdot {}^{o}C^{-1}$$

Die Abweichung beträgt also 0,8%.
Dazu ist anzumerken, daß die nach dem stationären Verfahren ermittelten λ-Werte eine mittlere Größe für den ganzen Körper darstellen, während die λ-Werte bei dem beschriebenen Verfahren aus einer Randschicht des Körpers ermittelt werden.

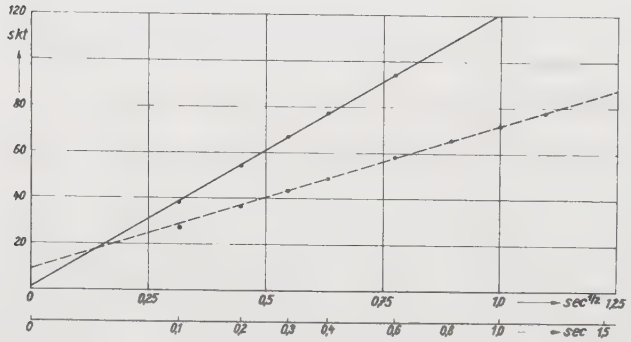

Abb. 22 Für Glas BK 7 gemessener Temperatur-Zeit-Verlauf im Anlaufvorgang. ——— Absolutverfahren
------ Relativverfahren

82 Relativverfahren

Beim Relativverfahren heben sich infolge der Vergleichsmessungen die zur Berechnung der Wärmeeindringzahl b nach dem Absolutverfahren erforderlichen Einzelgrößen q_o und Θ aus der Rechnung heraus.

Die in zwei Versuchsabschnitten mit der Zeit registrierten Ausschläge φ_I und φ_{II} des Brückenmeßinstrumentes werden

über die Wurzel aus der Zeit aufgetragen (vgl.Abb.22). Aus den sich ergebenden Geraden $\varphi_I = \text{const} \cdot \sqrt{t}$ und $\varphi_{II} = \text{const} \cdot \sqrt{t}$ ist dann wiederum der Gültigkeitsbereich des Grundgesetzes $\vartheta_{(o,t)} = \text{const} \cdot \sqrt{t}$ ersichtlich. Für die Geraden wird die Steigung $\frac{d\varphi_I}{d\sqrt{t}} = \beta_I$ bzw. $\frac{d\varphi_{II}}{d\sqrt{t}} = \beta_{II}$ ermittelt und daraus das Verhältnis $\frac{\beta_I}{\beta_{II}}$ gebildet.

Aus diesem Verhältnis und den Wärmeeindringzahlen von Standard- und Vergleichskörper wird nach Gl. (46) bzw. (47) die Wärmeeindringzahl $b = \sqrt{\lambda c \varrho}$ des Probekörpers ermittelt, welche dann wiederum die Wärmeleitfähigkeit λ gemäß Gl. (32) liefert.

Meßergebnisse:

Da das Relativverfahren innerhalb der beschriebenen Meßmethode die beste meßtechnische Verwirklichung des Grundgedankens bietet, die umständliche Vorbereitung des Meßobjektes zu umgehen und Messungen auch an nur geringfügig vorbereiteten Proben durchführen zu können, wird die Anwendbarkeit der Methode an Relativmessungen über einen Bereich von $\lambda = 3 \cdot 10^{-2}$ bis $4{,}4 \cdot 10^{-4}$ cal cm^{-1} sec^{-1} $^oC^{-1}$ gezeigt.
Die Meßergebnisse sind in Tabelle 5 zusammengefaßt.
Gemessen wurden:

1. Quarz aus einem Bergkristall von Coquimbo, Chile, in Richtung // c und $\perp$ c,
2. Beryll aus Minas Geraes, Brasilien, ebenfalls in Richtung // c und $\perp$ c,
3. Quarzglas aus synthetischem reinen SiO_2-Glas[1],
4. Plexiglas M 33.

Teil I der Tabelle gibt die Meßergebnisse für würfelförmige Probekörper mit der Kantenlänge 10 mm an. Diese Ergebnisse entstammen einer Meßreihe, bei der mit gleichen Meßbedingungen für alle Stoffe gearbeitet wurde, obwohl die Meßgenauigkeit sich dadurch etwas verringert.

---

[1] freundlicherweise zur Verfügung gestellt von den Herren Prof. Dr. J. Lietz und cand. rer. nat. H. Kruckenberg.

Als Vergleichskörper diente bei allen Messungen ein Würfel aus Glas BK 7 mit der Kantenlänge 10 mm, der nach den Stoffwerten innerhalb der genannten Prüfstoffe am besten für den Vergleich mit Quarzglas geeignet ist.
Die Wärmeleistung betrug q_n = 0,165 W.
Der Schichtwiderstand des Meßelementes wurde vor Beginn der Meßreihe zu R_M = 109,4 Ω ermittelt.
Die Meßzeit wurde für alle Messungen zu t_m = 1 sec gewählt, da für diese Zeit die durch äußere Wärmeabgabe entstehenden Fehler ε und ε^* nahezu Null sind. Die Meßdauer liegt damit unterhalb der kleinsten maximal zulässigen Meßzeit t_{max} = 3 sec für Quarz // c.

Die Messungen bei Beryll // c und ⊥ c ergaben an gleichberechtigten Flächen des Probewürfels unterschiedliche λ-Werte, wobei die Unterschiede über die theoretisch berechneten Fehlergrenzen hinausgingen. Der Probewürfel war aus dem optisch besten verfügbaren Beryll hergestellt, einem hellblauen Aquamarin ohne Fremdeinschlüsse (Flüssigkeits- oder mineralische Einschlüsse), wasserklar, durchsichtig, unverzwillingt. Bei der optischen Untersuchung zeigten sich jedoch zonar angeordnete lamellenartige Schlieren (s.Abb.23), die sich bei der Wärmeleitung bemerkbar machten.
In der Tabelle sind daher für Beryll // c und ⊥ c je zwei an gleichberechtigten Flächen ermittelte Werte angegeben.

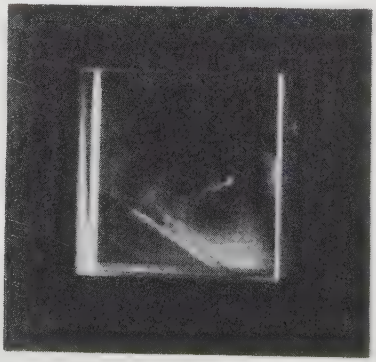

Abb. 23 Bild des Beryllwürfels // c zwischen gekreuzten Nicol.

Teil II der Tabelle gibt die Meßergebnisse für solche Probekörper an, bei denen die jeweils interessierende, planpolierte Stirnfläche größer war als die aufliegende Schichtfläche (10 x 10 mm^2) des Meßelementes, d.h. also für den Fall der Beibehaltung der ursprünglichen Form von Proben.
Als Vergleichskörper diente bei diesen Messungen eine Platte aus Glas BK 7, deren planpolierte Stirnfläche ebenfalls größer als die aufliegende Schichtfläche des Meßelementes war.
Die Meßdauer betrug bei Quarz t_m = 0,8 sec und war damit gleich der experimentell ermittelten maximal zulässigen Meßzeit t_{max}; bei Plexiglas t_m = 1 sec und lag damit unterhalb der experimentell ermittelten maximal zulässigen Meßzeit t_{max}.

Neben den Endresultaten verzeichnet Tabelle 5 in Spalte 2 die Steigung der Geraden $\rho = \frac{d\varphi}{d\sqrt{t}}$ für Meßelement gegen Vergleichskörper und Meßelement gegen Probekörper (d.h. Versuchsabschnitt I und II) und in Spalte 3 das Verhältnis der Steigung der beiden Geraden. In Spalte 4 sind die gemäß Gl. (46) ermittelten Wärmeeindringzahlen $b = \sqrt{\lambda c \varrho}$ eingetragen, aus welchen die Wärmeleitzahlen λ (Spalte 6) nach Gl. (32) durch Einsetzen der in Spalte 5 angegebenen Werte für $c\varrho$ berechnet sind.
Da für die gewählten Prüfstoffe wegen des geringen verfügbaren Probenmaterials Kontrollmessungen nach stationären Verfahren nicht durchführbar waren, sind zum Vergleich der Meßergebnisse die in der Literatur angegebenen Daten für die Wärmeleitfähigkeit herangezogen worden (Spalte 7). Die Abweichungen von den Literaturwerten, die in Spalte 8 eingetragen sind, bewegen sich - mit Ausnahme von Beryll, wo ein inhomogener Probekörper vorlag - etwa in den theoretisch berechneten Fehlergrenzen (vgl. Kap. 9).

Die Streuung der Meßwerte war stets kleiner als $\pm$ 2 %.

Anordnung	1 Meßelement gegen:		2 Steigung $\beta = \frac{d\varphi}{d\sqrt{t}}$ mm/sec$^{\frac{1}{2}}$	3 Steigungsverhältnis $\frac{\beta_1}{\beta_2}$	4 eigene Meßwerte f.die Wärmeeindringzahl $\sqrt{\lambda c \varrho}$ cal/cm^2·sec$^{\frac{1}{2}}$·°C	5 Literaturdaten für die Wärmekapazität $c\varrho$ cal/cm^3·°C	6 eigene Meßwerte f.die Wärmeleitfähigkeit λ cal/cm·sec·°C	7 Literaturdaten f.d. Wärmeleitfähigkeit λ^* cal/cm·sec·°C	8 Unterschied $\frac{\lambda - \lambda^*}{\lambda}$ %
I	Vergleichsstoff:	Glas BK 7	76,5	-	$3{,}64 \cdot 10^{-2}$	-	-	-	-
	Prüfstoff:	Quarz //c	34,5	2,217	$12{,}50 \cdot 10^{-2}$	0,503 *)	$3{,}11\ 10^{-2}$	$3{,}02 \cdot 10^{-2}$ *)	+3,0
		Quarz ⊥ c	43,8	1,747	$9{,}08 \cdot 10^{-2}$		$1{,}64\ 10^{-2}$	$1{,}60 \cdot 10^{-2}$ *)	+2,5
		Beryll //c +)	40,5	1,888	$10{,}1 \cdot 10^{-2}$	0,564 o)	$1{,}81 \cdot 10^{-2}$	$2{,}00\ 10^{-2}$ o)	(-11,0)
			43,0	1,779	$9{,}31 \cdot 10^{-2}$		$1{,}54\ 10^{-2}$		(-31,0)
		Beryll ⊥ c +)	45,0	1,700	$8{,}74 \cdot 10^{-2}$		$1{,}35\ 10^{-2}$	$1{,}62\ 10^{-2}$ o)	(-20,0)
			46,7	1,638	$8{,}30 \cdot 10^{-2}$		$1{,}22\ 10^{-2}$		(-33,0)
		Quarzglas	77,2	0,991	$3{,}58 \cdot 10^{-2}$	0,396 o)	$3{,}24\ 10^{-3}$	$3{,}30 \cdot 10^{-3}$ o)	-1,9
		Plexiglas	112,8	0,678	$1{,}30 \cdot 10^{-2}$	0,390 x)	$4{,}34\ 10^{-4}$	$4{,}40 \cdot 10^{-4}$ x)	-1,4
II	Vergleichsstoff:	Glas BK 7	70,8	-	$3{,}64 \cdot 10^{-2}$	-	-	-	-
	Prüfstoff:	Quarz //c	31,7	2,233	$12{,}60 \cdot 10^{-2}$	0,503	$3{,}16\ 10^{-2}$	$3{,}02 \cdot 10^{-2}$	+5,0
		Quarz ⊥ c	40,5	1,748	$9{,}11 \cdot 10^{-2}$		$1{,}65\ 10^{-2}$	$1{,}60\ 10^{-2}$	+3,0
		Plexiglas	104,5	0,677	$1{,}29 \cdot 10^{-2}$	0,390	$4{,}28\ 10^{-4}$	$4{,}40 \cdot 10^{-4}$	-2,8

Die Wärmeleitzahlen verstehen sich für eine mittlere Temperatur von 22°C.
+) inhomogener Probekörper, daher je 2 Meßwerte (vgl.S.68); der Vergleich mit den Literaturdaten ist hier also nicht zulässig *) Landolt-Börnstein o) D'Ans-Lax x) Daten von der Fa.Röhm & Haas, Darmstadt

9 Theoretische Meßgenauigkeit

Die erzielbare Meßgenauigkeit des Verfahrens ist bedingt durch die Stoffeigenschaften des jeweiligen Probekörpers, seine Abmessungen und damit durch die Meßzeit; denn diese sind gemäß Gl. (14) bzw. (23) und Gl. (22) miteinander verknüpft.
Die Stoffproben, welche die kürzesten maximal zulässigen Meßzeiten t_{max} erfordern, sind meßtechnisch am schwierigsten zu beherrschen. Da die Heizleistung und die Empfindlichkeit der Meßbrücke begrenzt sind, kann nicht immer ein voller Ausschlag des Brückenmeßinstrumentes erzielt werden. Damit verringert sich die Steigung der Geraden $\varphi = \text{const} \cdot \sqrt{t}$; die Ermittlung einer kleineren Steigung $\frac{d\varphi}{d\sqrt{t}}$ aber ist mit einem relativ größeren Fehler behaftet.
Dagegen bleibt die Meßgenauigkeit in den Fällen, wo ein voller Ausschlag des Brückenmeßinstrumentes erreicht werden kann, angenähert gleich.

Im Folgenden wird die theoretische Meßgenauigkeit für einen mittleren Endausschlag von $\varphi = 80$ mm betrachtet.

91 Meßgenauigkeit für das Absolutverfahren

Das Absolutverfahren liefert nach Gl. (30) und Gl. (73) die Wärmeeindringzahl b des Probekörpers gemäß

$$b = \sqrt{\lambda c \varrho} = \frac{2}{\pi} \cdot q_o \cdot \theta \cdot \frac{d\varphi}{d\sqrt{t}} = \frac{2}{\pi} \cdot q_o \cdot \theta \cdot \beta .$$

Dabei sind die Wärmestromdichte q_o, die Steigung des über die Wurzel aus der Zeit aufgetragenen Galvanometerausschlages $\beta = \frac{d\varphi}{d\sqrt{t}}$ und der Proportionalitätsfaktor (Eichfaktor) θ mit Meßfehlern behaftet.
Der mittlere relative Fehler für b ist dann nach dem Gaußschen Fehlerfortpflanzungsgesetz

$$\frac{\Delta b}{b} = \sqrt{\left(\frac{\Delta q_o}{q_o}\right)^2 + \left(\frac{\Delta \theta}{\theta}\right)^2 + \left(\frac{\Delta \beta}{\beta}\right)^2} . \qquad (79)$$

Es werden zunächst die mittleren relativen Einzelfehler ermittelt:
Die erzeugte Wärmestromdichte war nach Gl. (77)

$$q_o = 0{,}239 \frac{R_M \cdot J_H}{F}.$$

Für den mittleren relativen Fehler ergibt sich

$$\frac{\Delta q_o}{q_o} = \sqrt{\left(\frac{\Delta R_M}{R_M}\right)^2 + \left(2\,\frac{\Delta J_H}{J_H}\right)^2 + \left(\frac{\Delta F}{F}\right)^2}. \qquad (80)$$

Der Schichtwiderstand R_M ergibt sich aus dem Verhältnis der Brückenwiderstände gemäß Gl. (68). Durch Auswahl von Präzisionswiderständen kann der Fehler $\frac{\Delta R_M}{R_M}$ herabgedrückt werden. Die hier verwendeten Widerstände waren aus der Güteklasse 0,1 mit $\pm$ 0,2% Toleranz. Dabei ist zu bemerken, daß durch den Brückenabgleich eine Änderung des Abgleichswiderstandes R_P von 0,02% hervorgerufen wurde. Der dadurch entstehende zusätzliche Fehler kann jedoch gegenüber einer Toleranz der Einzelwiderstände von $\pm$ 0,2 % vernachlässigt werden. $\frac{\Delta R_M}{R_M}$ ist somit mit $\pm$ 0,35 % einzusetzen.
Als Strommeßgerät diente ein Milliamperemeter von der Güteklasse 0,2 mit $\pm$ 0,1% Toleranz. Der mittlere relative Fehler $\frac{\Delta J_H}{J_H}$ wird danach mit $\pm$ 0,1% eingesetzt.
Der mittlere relative Fehler $\frac{\Delta F}{F}$ wird bei F = 1 cm^2 zu $\pm$ 0,2 % angesetzt.
Damit ergibt sich für die Wärmestromdichte ein Gesamtfehler von $\frac{\Delta q_o}{q_o}$ = $\pm$ 0,5%.

Der Proportionalitäts- oder Eichfaktor θ berechnet sich nach Gl. (72) zu

$$\theta = \frac{1}{\alpha^*} \cdot \frac{c_i}{J} \cdot \frac{(R_M+R_3)(R_1+R_2)+\gamma(R_1+R_M+R_3+R_2)}{R_1 \cdot R_3}.$$

Dabei ist jede der vorkommenden Größen mit Fehlern behaftet. Der Temperaturkoeffizient α^* kann nach dem in Abschnitt 512 beschriebenen Verfahren mit einer Genauigkeit von $\pm$ 0,4 % bestimmt werden. Die Fehler für die Stromempfindlichkeit c_i und den Innenwiderstand γ des Galvano-

meters wurden zu je $\pm$ 0,2% ermittelt. Die Fehler für die Strommessung und die Brückenwiderstände sind bereits oben behandelt worden. Damit wird der mittlere relative Fehler $\frac{\Delta\theta}{\theta} = \pm 0{,}5\%$.

Der Steigungsfehler $\frac{\Delta\beta}{\beta}$ setzt sich aus den Fehlern der Zeitmessung und der Ablesung des Ausschlages φ zusammen. Die maximale Frequenzschwankung des zur Zeitmessung registrierten technischen Wechselstroms betrug $\pm$ 0,5 %; damit sind die Werte auf der $\sqrt{t}$ - Achse mit einem Fehler von $\pm$ 0,25% behaftet.
Der photographisch registrierte Ausschlag des Lichtzeigers ist in Richtung der φ - Achse auf 0,3 mm genau abzulesen. Der Gesamtfehler für die Steigung bei φ = 80 mm wurde durch die graphische Methode zu $\frac{\Delta\beta}{\beta} = \pm 0{,}3\%$ ermittelt.

Das entspricht einem Gesamtfehler für die Wärmeeindringzahl:

$$\frac{\Delta b}{b} = \frac{\Delta\sqrt{\lambda c\varrho}}{\sqrt{\lambda c\varrho}} = \sqrt{0{,}25 + 0{,}25 + 0{,}09} = \pm 0{,}8\%$$

Setzt man für die spezifische Wärme c einen Fehler von $\pm$ 0,5% und für die Dichte ϱ einen Fehler von $\pm$ 0,2 % ein, so ergibt sich der mittlere relative Fehler für die Wärme leitfähigkeit λ zu

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \pm 1{,}7\ \% \ .$$

92 Meßgenauigkeit für das Relativverfahren

Das Relativverfahren liefert nach Gl. (47) und (75) die Wärmeeindringzahl b des Probekörpers gemäß

$$b = (\sqrt{\lambda c\varrho})_P = (2\,\frac{\beta_I}{\beta_{II}} - 1)\cdot(\sqrt{\lambda c\varrho})_S .$$

Bei dieser Gleichung ist vorausgesetzt, daß die Heizleistung in den beiden Versuchsabschnitten gleich ist, was meßtechnisch einfach zu gewährleisten ist.

Wird die Wärmeeindringzahl des Standardkörpers $(\sqrt{\lambda c \varrho})_S$ im Absolutverfahren bestimmt, so ist der mittlere relative Fehler für die Größe nach Ziffer 91 zu $\pm$ 0,8 % anzusetzen. (Bestimmt man die Wärmeleitfähigkeit des Standardkörpers nach einem der üblichen stationären Verfahren, wobei eine Genauigkeit von $\pm$ 1,0 % zu erreichen ist, so läßt sich der Fehler für $(\sqrt{\lambda c \varrho})_S$ auf $\pm$ 0,7 % verringern.) Für die Ermittlung des Gesamtfehlers für $(\sqrt{\lambda c \varrho})_P$ ist hier also nur noch der Fehler für die Größe $(2\frac{\beta_I}{\beta_{II}} - 1)$ zu bestimmen.

Für die Steigungsfehler β_I und β_{II} gilt die ebenfalls schon beim Absolutverfahren aufgestellte Fehlerbetrachtung. Ist der Quotient $\frac{\beta_I}{\beta_{II}}$ nahe 1 (d.h. die Wärmeeindringzahl des Vergleichskörpers liegt nahe der des Probekörpers), so ergibt sich danach für diesen ein Fehler von $\pm$ 0,45 %, für $(2\frac{\beta_I}{\beta_{II}} - 1)$ also $\pm$ 0,9 %.

Der Gesamtfehler für die Wärmeeindringzahl wird damit

$$\frac{\Delta b}{b} = \pm 1{,}2\ \%.$$

Setzt man für die spezifische Wärme c wieder einen Fehler von $\pm$ 0,5 % und für die Dichte ϱ einen Fehler von $\pm$ 0,2 % ein, so berechnet sich der mittlere relative Fehler für die Wärmeleitfähigkeit zu

$$\frac{\Delta \lambda}{\lambda} = \pm 2{,}5\ \%.$$

10 Messungen mit trägheitslosem Brückenmeßinstrument

Die Steigung der über die Wurzel aus der Zeit aufgetragenen Oberflächentemperatur $\vartheta_{(o,t)}$ zeigt im Anfangsbereich eine Abweichung von der Steigung $\frac{d\vartheta_{o,t}}{d\sqrt{t}}$ der Sollgeraden $\vartheta_{(o,t)} = \text{const} \cdot \sqrt{t}$, die nahe dem Nullpunkt ($\vartheta_{(o,t)}$ und $t = 0$) am stärksten ist, um sodann tangential an den Sollwert heranzugehen (s. Abb. 22). Um diese Abweichung näher zu studieren, wurde an Stelle des Galvanometers ein trägheitsloses Gerät als Brückenmeßinstrument verwendet, da das Galvanometer Kurzzeitmessungen in diesem Bereich auf Grund seiner Trägheit und geringen Empfindlichkeit erschwert.
Als trägheitsloses Meßinstrument diente der Doppelstrahloszillograph Tektronix, Typ 502, mit einer Empfindlichkeit von ca. 200 μV/cm bei 1 MΩ Eingangswiderstand.

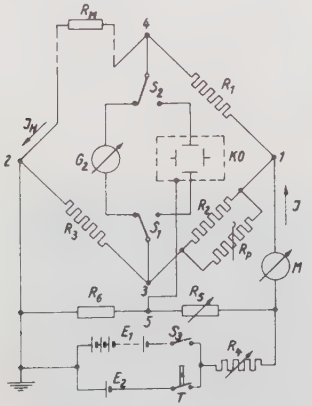

Abb. 24 Brückenschaltung mit Kathodenstrahloszillograph als Brückenmeßinstrument

Abb. 24 zeigt das Schaltbild dieser Meßeinrichtung. Es wurde im Gleichspannungsbereich des Oszillographen gearbeitet. Um Brummeinstreuungen zu vermeiden, wurde der Differenzverstärkereingang des Oszillographen verwendet.

Der Bezugspunkt der Verstärkereingänge, das Oszillographengehäuse, wurde an Punkt 5 einer Nebenbrücke gelegt. Die Widerstände R_5 und R_6 wurden so gewählt, daß beim Einschalten des Hauptstromes J keine Spannungsänderung zwischen Punkt 3 und 5 entsteht. Damit liegen die Eingänge vom Oszillographen und seinem Gehäuse bzw. Punkt 5 immer auf gleichem Spannungsniveau.
Der Meßvorgang erfolgt analog der Meßmethodik mit dem Galvanometer als Brückenmeßinstrument.
Um einen definierten Meßbeginn (Nullpunkt) möglichst genau festlegen zu können, wurde nach dem Triggern des Oszillographen der Hauptstrom J verzögert eingeschaltet. Durch den Heizstrom J_H ändert sich der Schichtwiderstand des Meßelementes; es folgt daraus eine Spannungsänderung du zwischen den Punkten 3 und 4, welche durch den Oszillographen aufgezeichnet wird. Die entstehende Kurve wurde gleichzeitig photographiert (s.Abb.25). Der zweite Elektronenstrahl dient zur Zeitmessung (50 Hz).

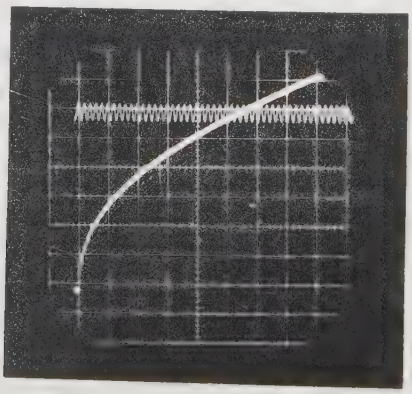

Abb. 25 Mit dem Kathodenstrahloszillographen Tektronix für Quarzglas im Anlaufvorgang registrierter Spannungs-Zeit-Verlauf mit Zeit- und Nullpunktmarkierung

Aus der registrierten Kurve und der Spannungsempfindlichkeit des Gerätes wird $\frac{dU}{d\sqrt{t}}$ berechnet. Gl. (78) ergibt den konstanten Heizstrom J_H. Damit erhält man $\frac{d\,R}{d\sqrt{t}}$ und daraus mit Hilfe von Gl. (67) $\frac{d\vartheta_{0,t}}{d\sqrt{t}}$. Der Eingangswiderstand des Oszillographen kann vernachlässigt werden, da er gegenüber dem Brückenwiderstand sehr groß ist. Aus Gl. (77) berechnet sich die erzeugte Wärmestromdichte q_0. Damit sind die zur Ermittlung der Wärmeeindringzahl bzw. der Wärmeleitfähigkeit nach dem Absolutverfahren erforderlichen Einzelgrößen bekannt; es kann Gl. (9) angewendet werden. Die Auswertung beim Relativverfahren ist die gleiche wie bei der Messung mit dem Galvanometer als Brückenmeßinstrument.

Die Messungen wurden unter zwei Gesichtspunkten durchgeführt:

1. Um eine Aussage über die beschriebene Abweichung machen zu können;
2. zur Kontrolle der mit dem Galvanometer als Brückenmeßinstrument erzielten Meßergebnisse.

Der dem Temperatur-Zeitverlauf proportionale Spannungs-Zeitverlauf wurde dazu gesondert in verschiedenen Zeitintervallen mit stärkerer Vergrößerung registriert.
Für die Zeitintervalle $t < 10$ ms war die Registrierung

1) wegen der Wärmekapazität und endlichen Wärmeleitfähigkeit des Schichtwiderstandes und
2) wegen des Anschaltvorganges des Schalters S_3 nicht durchzuführen.

Die Meßpunkte zwischen etwa 50 ms und den nach Gl. (14) zulässigen Meßzeiten ergaben innerhalb der Fehlergrenzen gleiche Meßergebnisse wie bei der Durchführung der Messungen mit dem Galvanometer als Brückenmeßinstrument (vgl. Tabelle 5).
Bei den Meßpunkten zwischen 10 und etwa 50 ms ergaben sich für die Steigung $\frac{d\vartheta_{0,t}}{d\sqrt{t}}$ größere Werte als die Sollwerte, die tangential an die Sollgerade herangingen. Diese Zunahme bedeutet laut Gl. (30) einen größeren Wert für $\sqrt{\lambda c \varrho}$.
Bei den Relativmessungen waren diese $\frac{d\vartheta_{0,t}}{d\sqrt{t}}$ - Zunahmen

größer als bei den Absolutmessungen. Um die Meßergebnisse miteinander vergleichen zu können, wurde ein Probekörper aus Glas zunächst im Absolutverfahren im verschiedenen Zeitintervallen untersucht und sodann einfache Relativmessungen von Glas gegen Glas für die gleichen Zeitintervalle durchgeführt. Dabei ergab sich z.B. für den Meßpunkt t = 20 ms eine $\frac{d\vartheta_{o,t)}}{d\sqrt{t}}$ - Zunahme von 3 % bei der absoluten Messung gegenüber 7,1 % bei der Relativmessung.

Die Erklärung dieser auffallenden Abweichung wurde darin gesucht, daß bei der Relativmessung im Meßvorgang zwei Polierflächen erfaßt werden, beim absoluten Verfahren dagegen nur eine. Nimmt man an, daß die so erhaltenen Änderungen der Stoffkonstanten des Probekörpers im oben erwähnten Bereich (für Glas zwischen 10 und 40 ms) echte Effekte sind, so kann daraus gefolgert werden, daß innerhalb dieses Zeitintervalls die beim Meßvorgang erfaßte Probentiefe in der Größenordnung der durch den Polierprozeß veränderten Schichtdicke liegt.

11 Nullpunktverschiebung

Aus Abb. 22 ist ersichtlich, daß die Gerade $\vartheta_{(o,t)} = \text{const} \cdot \sqrt{t}$ bei Relativmessungen nicht durch den Nullpunkt (t = 0, $\vartheta_{(o,t)} = 0$) geht, sondern nach positiven Werten von ϑ parallel verschoben wird, während man bei den absoluten Messungen eine solche Verschiebung bei genau abgeglichener Brücke nicht feststellen kann. Beim Relativverfahren muß also die dazwischenliegende Luftschicht für die Nullpunktverschiebung verantwortlich sein.
Für die Berechnung von $\sqrt{\lambda c \varrho}$ ist dies allerdings ohne Einfluß, da nur die Steigung $\frac{d\vartheta_{o,t)}}{d\sqrt{t}}$ benötigt wird.
Man kann jedoch aus der Nullpunktverschiebung die mittlere Dicke des Luftpolsters zwischen den Berührungsflächen abschätzen. Denn wegen der kleinen Wärmekapazität der Luftpolster und ihrer geringen Dicke läßt sich die Gleichung

$$q_o = \frac{\Delta\vartheta}{d} \cdot \lambda_{Luft}, \qquad (81)$$

die eigentlich für den stationären Fall gilt, in erster Näherung anwenden. Dabei bedeuten

q_o = Wärmestromdichte
$\Delta\vartheta$ = der Temperaturabfall in der Luftschicht
d = mittlere Dicke der Luftschicht
λ_{Luft} = Wärmeleitfähigkeit der Luft.

Beispiel: Für Glas gegen Glas wurde bei $q_o = 1{,}9 \cdot 10^{-2}$ cal/cm^2·sec eine Nullpunktverschiebung von 9 mm gemessen, welche einem Temperaturabfall von $\Delta\vartheta = 9 \cdot 10^{-2}$ °C entspricht. Daraus ergibt sich die mittlere Dicke der Luftschicht zu $d = 3\mu$.

Um die Anwendbarkeit dieser Methode zu kontrollieren, wurden Glyzerin und Silicon-Öl als Zwischenschichten beim Relativverfahren verwendet. Die Messungen lieferten die mittlere Schichtdicke zu $d = 15\mu$. Die von der Physikalisch - Technischen Bundesanstalt durchgeführte Vergleichsmessung ergab durch Anwendung eines gravimetrischen Verfahrens für Silicon-Öl eine mittlere Schichtdicke von 21μ. Danach gibt die hier angewendete Methode d also größenordnungsmäßig richtig wieder.

12 Zusammenfassung

Zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von festen Stoffen wurde eine Meßanordnung entwickelt, bei welcher einer planpolierten Stirnfläche eines anfänglich gleichtemperierten Probekörpers auf elektrischem Wege mittels einer dünnen, temperaturabhängigen Metallschicht eine konstante Heizleistung zugeführt wird; die Heizschicht dient dabei zugleich als Widerstandsthermometer zur Messung der Übertemperatur an der beheizten Probenoberfläche.
Die Messung wird im instationären Anlaufvorgang durchgeführt. Aus der gemessenen Oberflächentemperatur erhält man zunächst die Wärmeeindringzahl des Probekörpers $b = \sqrt{\lambda c \varrho}$. Die Wärmeleitfähigkeit λ ergibt sich dann aus der Beziehung von Wärmeeindringzahl b, spezifischer Wärme c und Dichte ϱ.

Hauptziel bei der Entwicklung des Meßanordnung war ihre Verwendungsmöglichkeit für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit an kleinen Probenmengen sowie an Probekörpern, deren ursprüngliche Form so weit wie möglich gewahrt werden soll (z.B. Mineralien). Daraus ergab sich die Forderung nach kleinen Meßzeiten, innerhalb welcher kein nennenswerter Einfluß der äußeren Wärmeabgabe eintreten kann. Zugunsten der Einfachheit der Apparatur konnte daher auf Schutzheizung und Wärmeisoliermaßnahmen verzichtet werden. Die minimal erforderlichen Probendicken wurden berechnet. Die maximal zulässigen Meßzeiten sowie die durch äußere Wärmeabgabe entstehenden Fehler wurden für quaderförmige Probekörper ebenfalls berechnet, während dieser Fehler bei Beibehaltung der ursprünglichen Form von Probekörpern durch experimentelles Festlegen der maximal zulässigen Meßzeiten berücksichtigt wird.

Die Messungen können im Absolut- und im Relativverfahren durchgeführt werden. Da das Relativverfahren der Forderung nach Schnelligkeit, Einfachheit und Universalität am weitesten entgegenkommt und besonders für die Messung an Probekörpern in ihrer ursprünglichen Form geeignet ist,

wurde dieses Verfahren hier bevorzugt und seine Anwendbarkeit an Messungen über einen Bereich von $\lambda = 3 \cdot 10^{-2}$ bis $4{,}4 \cdot 10^{-4}$ $cal \cdot cm^{-1} \cdot sec^{-1} \cdot Grad^{-1}$ gezeigt. Die Anwendbarkeit des Absolutverfahrens wurde bei der Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit bzw. der Wärmeeindringzahl des beim Relativverfahren verwendeten Standardkörpers gezeigt.

Die Abmessungen der Proben wurden für die ausgeführte Versuchsanordnung zu 10 x 10 x 10 mm^3 gewählt, sofern die Probekörper nicht unter Beibehaltung ihrer ursprünglichen Form mit nur einer planen Fläche von > 1 cm^2 versehen wurden. Die Meßdauer betrug bei den durchgeführten Versuchsmessungen je nach Stoffeigenschaften und Form der Proben 0,8 bis 1,5 sec und brachte Temperaturdifferenzen von 0,5 bis 2 °C mit sich. Infolge des engen Temperaturbereiches liefert die Messung praktisch den wahren Wert für die Wärmeleitfähigkeit.

Die Meßgenauigkeit liegt beim Absolutverfahren bei $\pm$ 1,7 und beim Relativverfahren bei $\pm$ 2,5%, wie an theoretischen Fehlerbetrachtungen gezeigt wurde. Die erreichbare Genauigkeit richtet sich nach den Stoffeigenschaften und Abmessungen des jeweiligen Probekörpers.

Das Verfahren läßt sich sowohl mit isotropen als auch anisotropen Festkörpern bei beliebigen Anfangstemperaturen durchführen.

Über die oben genannte Zielsetzung hinaus erweist sich dieses Verfahren auch anwendbar zur Bestimmung von Größe und Orientierung der Tensorfläche der Wärmeleitfähigkeit in anisotropen Kristallen. Es bietet dabei gegenüber den bekannten Methoden von Sénarmont und Röntgen eine größere Genauigkeit und liefert nicht nur das Verhältnis der Hauptkonstanten der Wärmeleitung, sondern auch ihre absoluten Größen. Außerdem bringt es gegenüber den bisherigen Meßmethoden an verschieden orientierten planparallelen Platten den Vorteil geringerer Probengrößen mit sich, was wiederum besonders für Mineralien von Bedeutung ist.

Übersicht über die gewählten Bezeichnungen und die Maßeinheiten

---

a Temperaturleitfähigkeit $cm^2 \cdot sec^{-1}$

b Wärmeeindringzahl $cal \cdot cm^{-2} \cdot Grad^{-1} \cdot sec^{-1/2}$

c spezifische Wärme $cal \cdot g^{-1} \cdot Grad^{-1}$

C elektrische Kapazität Farad

c_i Stromempfindlichkeit A/mm/m

d Luftschichtdicke $\mu = 10^{-4}$ cm

h Höhe bzw. Länge cm

l Länge bzw. Probendicke cm

n Anzahl

q_n Wärmestrom $cal \cdot sec^{-1}$

q_o Wärmestromdichte $cal \cdot cm^{-2} \cdot sec^{-1}$

s Umfang cm

t Zeit sec

x lotrechte Entfernung eines Punktes von der Oberfläche cm

Die Buchstaben g, k, p, r, s bezeichnen Proportionalitätsfaktoren (z.T. unabhängig vom sonstigen Gebrauch); x, y, z Koordinatenachsen.

C_W Wärmekapazität $cal \cdot Grad^{-1}$

F Fläche cm^2

J elektrischer Strom A

J Hauptstrom

J_H Heizstrom

K Korrektionsfaktor des Galvanometers

L Länge eines Körpers in x-Richtung

Q Wärmemenge cal

Q_N in Richtung der Normalen ausgebreitete Wärmemenge cal

Q_S seitlich zur Eintrittsfläche ausgebreitete Wärmemenge cal

R elektrischer Widerstand Ω

T_o Schwingungsdauer sec

U elektrische Spannung V

Z Zeitkonstante sec

α Wärmeübergangszahl $cal \cdot cm^{-2} \cdot sec^{-1} \cdot Grad^{-1}$

α^* Temperaturkoeffizient 1/Grad

β Steigung $mm \cdot sec^{-1/2}$

δ Schichtdicke Å

ε relativer Fehler

ε^* zusätzlicher relativer Fehler

η $= \frac{x}{2\sqrt{at}}$ dimensionslose Größe

φ Ausschlag des Brückenmeßinstrumentes Skt

φ_m Istausschlag Skt

φ_s Sollausschlag Skt

γ Widerstand des Galvanometerzweiges Ohm

λ Wärmeleitfähigkeit $cal \cdot cm^{-1} \cdot sec^{-1} \cdot Grad^{-1}$

ϱ Dichte $g \cdot cm^{-3}$

τ $= \frac{c \cdot \varrho}{\lambda} \cdot \frac{4 \cdot l^2}{\pi^2}$ sec

ϑ Temperatur, allgemein ^oC

ϑ_o Oberflächentemperatur ^oC

ζ $= \frac{t_{max}}{\tau}$ dimensionslose Größe

Δ Laplacescher Operator

$\varkappa$ Wärmewiderstand $cal^{-1} \cdot sec \cdot Grad$

θ Proportionalitätsfaktor

Literaturverzeichnis

D'ANS, I., u. E. LAX: Taschenbuch für Chemiker und Physiker. 2. Aufl. Berlin, Göttingen, Heidelberg 1949

BEUKEN, L.: Entwicklung des elektrischen Analogieverfahrens zur Analyse nichtstationärer Wärmeströmungen in Europa und in den Vereinigten Staaten. IV Congrès Int. Chauffage Ind., Paris 1952, Gr. I, Sect. 13, Bericht Nr. 19

BROKMEIER, K.H.: Über ein Beukenmodell kleinster Abmessungen. Eine neue Modellmethode für die Wärmeleitungsforschung. Elektrotechn. Z. 72. Jg. (1951) 17, S. 525 - 528

CARSLAW, H. S., u. J. C. JAEGER: Conduction of heat in solids. Oxford 1948

CLARKE, L. N., u. R. S. T. KINGSTON: Equipment for the simultaneous determination of thermal conductivity and diffusivity of insulating materials using a variable-state method. Austral. J. appl. Sci. Bd. 1 (1950) S. 172-187 u. Bd. 2 (1951) S. 235-242

EDER, F. X.: Moderne Meßmethoden der Physik. T. II, Berlin 1956

ESDORN, H.: Über die Entwicklung einer Meßanordnung zur gleichzeitigen Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit, der Wärmekapazität und der Wärmeeindringzahl fester Stoffe in einem Kurzzeitversuch und die Anwendbarkeit des Verfahrens für die Messung feuchter poröser Stoffe. Diss. Techn. Hochschule Darmstadt 1954

FRANK, Ph., u. R. v. MISES: Die Differential- und Integralgleichungen der Mechanik und Physik. T. II. 2. Aufl. Braunschweig 1935, S. 570

GEIGER, H., u. K. SCHEEL: Handbuch der Physik. Bd. XI. Berlin 1926, Kap. 2: Wärmeleitung, bearb. v. M. Jacob, S. 42-155

GEISLER, H., u. L. LIEBING: Das Erwärmen von platten- und zylinderförmigen Körpern mit konstantem Wärmestrom durch die Oberfläche. Elektrowärme Bd. 17 (1959) 1 S. 1-7

GRÖBER, H., S. ERK u. U. GRIGULL: Die Grundgesetze der Wärmeübertragung. 3. Aufl. Berlin, Göttingen, Heidelberg 1955

HEGBOM, T.: Lösung instationärer Wärmeleitungsprobleme in festen Körpern mittels elektrischer Analogiegeräte. (=norweg.) Tekn. Ukebl. 105 (1958) 35, S. 819-825

KESSELRING, F.: Theoretische Grundlagen zur Berechnung der Schaltgeräte, Sammlung Göschen Bd. 711, 2. Aufl. Berlin 1943, S. 71

KOHLRAUSCH, F.: Praktische Physik, Bd. 2, Stuttgart 1956

KRISCHER, O.: Über die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit, der Wärmekapazität und der Wärmeeindringzahl in einem Kurzzeitverfahren. Chem.-Ing.-Techn. (1954) 1, S. 42-44

KRISCHER, O., u. H. ESDORN: Einfaches Kurzzeitverfahren zur gleichzeitigen Bestimmung der Wärmeleitzahl, der Wärmekapazität und der Wärmeeindringzahl fester Stoffe. Forschg. Gebiete Ingenieurwes. 21 (1955) S. 28 - 39

LANDOLT - BÖRNSTEIN: Physikalisch-Chemische Tabellen Bd. 2, 5. Aufl. hsg. v. W. A. Roth u. K. Scheel, Berlin 1933

LÖFFLER, H. J., u. H. HENRICI: Die Messung von Oberflächentemperaturen mit aufgedampften Widerstandsthermometern. Chem.-Ing.-Techn. 30. Jg. (1958) 11, S. 708-714

MEYER, E., u. C. MOERDER: Spiegelgalvanometer und Lichtzeigerinstrumente. Leipzig 1952

MAYER, H.: Physik dünner Schichten. Physik u. Technik Bd. 4 T. I-II, Stuttgart 1950-55

SHUSE, W. P., u. A. P. REGEL: Eine Methode zur raschen Ermittlung der Temperaturleitfähigkeit von festen und flüssigen Körpern (=russ.) Z. techn. Phys. Bd. 22 (1952) S. 1376-1384

WOLKENSTEIN, W.S.: Schnellmethode zur Ermittlung thermischer Kennzahlen schlechter Wärmeleiter. (=russ.) Z. techn. Phys. Bd. 22 (1952) S. 1043-1049

Lebenslauf

Am 22. April 1932 bin ich als Sohn des Kaufmanns Mohamed Nohadani und seiner Ehefrau Khanemi in Rascht/Iran geboren. Ich absolvierte dort die sechsjährige Grundschule sowie den ersten Teil der sechsjährigen Oberschule mit der 1. iranischen Reifeprüfung und beendete meine Schulzeit nach weiteren drei Jahren an der Alborz-Schule in Teheran mit der 2. iranischen Reifeprüfung im Jahre 1949.

Von 1949 bis 1952 studierte ich das Fach Physik an der Naturwissenschaftlichen Fakultät der Universität Teheran und erhielt mit der staatlichen Diplomprüfung 1952 die Lizentiatenwürde.

Im April 1953 kam ich nach Deutschland, um hier nach einer sechsmonatigen praktischen Tätigkeit beim Elektromotorenwerk Conz, Hamburg, das Studium der Naturwissenschaften an der Universität Hamburg fortzusetzen. Ich nahm hier an Vorlesungen und Übungen der Fächer Physik, Mathematik, Mineralogie, Geophysik und Physikalische Chemie teil.

Um mir zusätzliche technische Kenntnisse zu erwerben, besuchte ich während meines Studiums Abendkurse der Staatlichen Ingenieurschule Hamburg und legte dort im Februar 1957 das Staatliche Ingenieur-Examen für Elektrotechnik ab.

Seit April 1959 bin ich als wissenschaftlicher Assistent bei der Max-Planck-Gesellschaft in Göttingen angestellt.

Meine Hochschullehrer an der Universität Hamburg waren die Herren Professoren und Dozenten Bagge, Brocks, Burau, Drescher-Kaden, Hasse, Heller, Jordan, Lenz, Lietz, Meyer, Müller, Neuert, Raether, Raethjen, Rust, Schröder, Wicke, Witt.

Ihnen allen schulde ich Dank, besonders Herrn Prof. Dr. Drescher-Kaden und Herrn Privatdozent Dr. Ing. Heller für die Unterstützung der vorliegenden Arbeit.